

UNIVERSIDAD CARLOS III DE MADRID

ESCUELA POLITÉCNICA SUPERIOR



INGENIERÍA INDUSTRIAL
PROYECTO FIN DE CARRERA:

***"ESTUDIO DE LA VIABILIDAD DE ACEROS
SINTERIZADOS REFORZADOS CON
MALLA DE ACERO INOXIDABLE".***

DEPARTAMENTO DE CIENCIA E INGENIERÍA DE
MATERIALES E INGENIERÍA QUÍMICA.

AUTORA: ALMUDENA MANZANARES GARCÍA
DIRECTOR: JOSÉ MANUEL TORRALBA CASTELLÓ

Leganés, Febrero 2011

A Valentina, Domingo, Juan y María.

Índice:

1.-Motivación

1.1.-Objetivos parciales del estudio

1.2.-Objetivo final del estudio

2.-Antecedentes

2.1.-Definición de pulvimetalurgia, fases y ventajas de la misma

2.1.1.-Definición

2.1.2.-Fases de la pulvimetalurgia

2.1.2.1.-Fase de obtención de polvos

2.1.2.2.-Fase de conformado de polvos

2.1.2.3.-Fase de sinterización

2.1.2.4.-Etapas posteriores a la sinterización

2.1.3.-Ventajas de la pulvimetalurgia

2.2.-Aceros sinterizados

2.2.1.-Aceros de baja aleación

2.2.1.1.-Hierro esponja

2.2.1.2.-Hierro atomizado

2.3.-Hierro atomizado ASC100.29

2.4.-Acero inoxidable austenítico 304LHD

2.5.-Introducción a los materiales compuestos

2.5.1.-Materiales compuestos de matriz metálica

3.-Procedimiento experimental

3.1.-Materiales utilizados

3.1.1.-Hierro atomizado AS100.29

3.1.2.-Polvo de acero inoxidable 304LHD

3.1.3.-Malla de acero inoxidable AISI304L

3.1.4.-Grafito Kropfmühl UF-4

3.2.-Métodos utilizados en el procedimiento experimental

3.2.1.-Mezcla

3.2.2.-Compactación

3.2.3.-Sinterización

3.2.4.-Evaluación de propiedades

3.2.4.1.-Medida de la densidad

3.2.4.2.-Medida de la dureza

3.2.4.3.-Ensayo de tracción

3.2.4.4.-Análisis de la sección de rotura

3.3.-Estudio metalográfico

4.-Resultados y análisis de resultados

4.1.-Análisis de la etapa de compactación

4.2.-Análisis de la densidad de los materiales sinterizados

4.3.-Análisis de la dureza

4.4.-Análisis de las propiedades de tracción

4.4.1.-Resistencia a tracción

4.4.2.-Límite elástico

4.4.3.-Deformación máxima a rotura

4.5.-Análisis de la metalografía

4.6.-Análisis de la fractura

ANEXOS

5.-Conclusiones

6.-Líneas futuras de investigación

RESUMEN / ABSTRACT

Resumen

La idea que se lleva a cabo en este proyecto es la de introducir un nuevo tipo de refuerzo en una matriz pulvimetalúrgica y comprobar qué cambios en las propiedades sufre la matriz al añadir dicho refuerzo.

Con la finalidad de mejorar sobre todo propiedades mecánicas, se le ha añadido un refuerzo a las probetas para tracción, fabricadas a base de polvos de hierro (ASC100.29 y ASC100.29+0.6%C) y a base de polvos de acero inoxidable austenítico (304LHD), introduciendo una malla metálica hecha de acero inoxidable AISI304L.

Después de sinterizar las probetas con las atmósferas usuales para el tipo de matriz, se han realizado diferentes medidas y ensayos para identificar y cuantificar los efectos sobre las propiedades mecánicas y físicas que se dan al introducir esta malla metálica, además de realizar un análisis metalográfico.

Se han medido la resistencia a tracción, el límite elástico, la dureza y la densidad.

Abstract:

This master thesis purpose is to insert a new kind of reinforcement into a metallic powder matrix in order to check which changes take place in mechanical and physical properties.

With the main purpose of improving mechanical properties, a reinforcement has been added to the tensile strength test samples. These samples were made of atomized iron (ASC100.29 and ASC100.29+0.6%C) and 304LHD stainless steel. The reinforcement is made of a metallic mesh made of AISI304L stainless steel.

After sinterizing with the usual atmospheres for every kind of matrix, different tests have been made to check and measure the effects on the mechanical and physical properties which take place; furthermore, a metallographic analysis was carried out.

After sinterizing, hardness (HV10), density, UTS and Yield strength have been measured and compared to the reference samples.

CAPÍTULO 1. MOTIVACIÓN

Los aceros sinterizados se refuerzan desde hace años con partículas cerámicas, de carburos y también de metales. Además de estos refuerzos, se añaden aditivos para mejorar la interacción entre el refuerzo y la matriz, como pueden ser el cobre y el bronce, entre otros.

La forma en la que se encuentran los refuerzos puede ser de distinto tipo; partículas, fibras, láminas, etc. Sin embargo en esta ocasión surgió la idea de introducir un refuerzo tipo malla, en probetas de tracción.

Este es el punto de partida de este proyecto. Una vez decidida la línea básica del proyecto, los objetivos que se presentan son los siguientes:

1.1.-A continuación definimos los objetivos parciales del estudio:

- Caracterización de la malla
- Optimización de la presión de compactación
- Optimización de la etapa de sinterización
- Evaluación de las propiedades obtenidas en las probetas de material compuesto
- Caracterización metalográfica.

1.2.-Objetivo final del estudio:

- Obtener un material compuesto de matriz acero inoxidable, hierro atomizado o hierro atomizado con aporte de carbono, cuyo refuerzo sea la malla de acero inoxidable.
- Mejorar alguna de las propiedades mecánicas, siempre en referencia al material del que está compuesto la matriz.
- Estudiar la viabilidad de los materiales compuestos metálicos formados por una matriz de polvos metálicos y un refuerzo que es una malla de acero inoxidable.

Así, se eligió un tipo de probeta a tracción, se eligieron tres materiales como matriz, se compactaron uniaxialmente y se sinterizaron en vacío unas probetas y en atmósferas de nitrógeno-hidrógeno-metano las otras.

Se evaluaron propiedades físicas como la densidad y mecánicas como la resistencia a tracción, el límite elástico, la dureza y la deformación, además de complementarse con un estudio metalográfico de los materiales compuestos obtenidos.

CAPÍTULO 2.

ANTECEDENTES

2.1.-Definición de pulvimetalurgia, fases y ventajas de la pulvimetalurgia:

2.1.1.-Definición de pulvimetalurgia:

La pulvimetalurgia es un proceso que comprende las operaciones de conformado del polvo (metálico, cerámico o compuesto) para obtener una preforma manejable, la aplicación de temperatura en una atmósfera controlada durante un tiempo suficiente para obtener una pieza sinterizada cohesionada al enfriarse y las operaciones de acabado, opcionales o no, que pueden ser tales como prensar de nuevo la pieza sinterizada, tratamientos térmicos, infiltraciones de la porosidad con otros metales, etc. [1,2]

2.1.2-Fases de la pulvimetalurgia [3,7]

2.1.2.1-Fase de obtención de polvos:

A priori, conseguir polvo de un metal no es tarea fácil porque los metales se presentan como sólidos continuos en la naturaleza. Existen métodos de tipo mecánico, físico, químico y métodos electrolíticos para su obtención.

Se explica a continuación el proceso de atomización. La atomización pertenece al grupo de métodos físicos de obtención de polvos.

-Atomización [1,3]:

La atomización es la técnica más común para la fabricación de polvos base hierro (aproximadamente el 80%). La atomización en estado líquido y con corrientes de agua es actualmente la más utilizada.

En esta atomización el metal en estado líquido sobrecalentado, vertido desde una cuchara en forma de chorro de pequeño diámetro (tanto más pequeño cuanto más pequeñas se requieran las partículas) se hace pasar por chorros de agua a alta presión, alimentando un atomizador. Los chorros inciden cruzados sobre el metal fundido, de forma que queda fragmentado en partículas muy finas con su consiguiente solidificación, que se produce en fracciones de segundo.

El enfriamiento instantáneo da lugar a partículas sólidas de dimensiones menores a las 150 μm , con un perfil irregular y redondeado (para conseguir un perfil esférico sería necesario atomizar con gas). Generalmente con partículas de perfil irregular, se consigue una mayor resistencia en verde¹ [4,2].

¹Resistencia en verde: Resistencia que tienen las piezas tras la etapa de compactación y antes de la de sinterización. Ésta aumenta con la densidad del compacto. Sobre ella también influyen la cantidad y el tipo de lubricante añadido al polvo. Es necesario un mínimo de resistencia en verde para que, durante la extracción la pieza no se rompa y para evitar que se dañe durante el transporte y la manipulación desde la compactación hasta la sinterización. A más complicada y fina sea la forma del compacto, mayor resistencia en verde será necesaria.

Si la resistencia en verde es lo suficientemente alta, existe la posibilidad de mecanizar la pieza antes de su sinterización; los perfiles de partícula irregulares se prensan mejor porque tienen mayor área superficial y por tanto mayor superficie de contacto entre partículas. [4,2]

Una ventaja de la atomización como método de producción de polvos es que permite obtener aleaciones en las que cada partícula tiene una composición exacta respecto de la aleación, siendo cada partícula un lingote y sin producirse las segregaciones típicas de las coladas, pudiendo atomizar metal puro también. Estos polvos se denominan polvos prealeados y elementales, respectivamente. Además, se puede producir polvo a gran escala y bajo coste.

Las variables importantes del proceso son el diámetro de chorro, la temperatura de colada y el fluido a utilizar. Estas variables pueden controlarse y así variar el perfil de la partícula y la microestructura de la misma, así como la distribución del polvo y su tamaño.

Como se mencionaba, se pueden utilizar gases para la atomización. Los más comunes son el aire, el nitrógeno y el gas inerte (como el argón).

Después de la solidificación de las partículas, el polvo se recoge en la parte inferior del tanque de atomización.

El tanque suele purgarse con gases inertes como argón o nitrógeno para minimizar la oxidación de las superficies del polvo.

Después de eliminar el agua, los polvos se secan y en ocasiones se someten a un proceso de recocido que hace el óxido formado en la superficie del polvo se reduzca parcialmente. Esta es precisamente la mayor desventaja del atomizado con agua, la oxidación de la superficie del polvo. Si éste contiene aleantes con tendencia a oxidarse como por ejemplo el cromo, manganeso, vanadio, niobio, boro, silicio, etc., la oxidación es todavía más acusada.

Si en lugar de utilizar agua se utiliza un fluido como aceite, se evita la oxidación de los elementos de aleación, sin embargo el polvo se carburiza durante la atomización, difundiéndose el carbono desde el aceite hasta el polvo, lo que implica la necesidad de descarburizar en una etapa posterior; además, medioambientalmente, está menos aceptado que la atomización con agua, al igual que sucede con la atomización con gas, puesto que reciclar y limpiar el agua resulta más sencillo.

En general, se ha de controlar bien el proceso porque se pueden obtener productos contaminantes.

2.1.2.2-Fase de conformado, algunas técnicas [3,2]:

-Conformado aplicando presión y sin aplicación de temperatura:

-Compactación uniaxial en matriz: La presión se transmite en una única dirección, esto permite la posibilidad de tener procesos semicontinuos, aunque limita la forma de las piezas que podemos compactar, que pueden ser complejas en una sola dirección.

Esta compactación es apropiada para grandes series y sigue perteneciendo al grupo de métodos discontinuos de conformado.

-Compactación isostática: La presión es ejercida por un fluido.

-Moldeo por inyección de polvos (PIM), utilizando la tecnología de inyección: Se inyecta en el interior de un molde con la forma deseada.

Es utilizado para grandes series y se obtienen buenas propiedades.

-Laminación de polvos o powder rolling: este método pertenece al grupo de métodos continuos de conformado.

-Conformado aplicando presión y temperatura: con ellos se persigue una muy alta densidad e incluso densidad total.

-Presión uniaxial en caliente o Hot Pressing: Consiste en aplicar temperatura a los útiles de compactación uniaxial, bien mediante resistencias, bien mediante corrientes eléctricas inducidas.

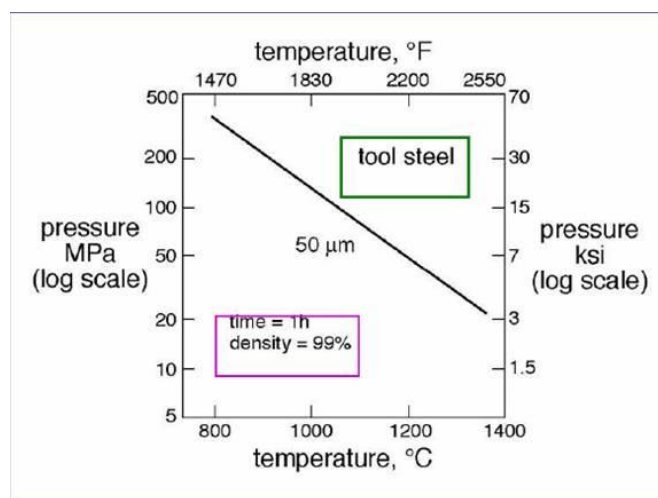


Fig.1. Presión aplicada vs temperatura, para una densidad relativa del 99% [10]

En la figura 1 se puede comprobar cómo varía la presión necesaria, para una densidad en verde determinada, en función de la temperatura. Se comprueba en dicha figura que, a mayor temperatura, menor presión de compactación será necesaria para obtener la misma densidad.

-Sinterforjado: Posteriormente se explicará este proceso.

-Compactación isostática en caliente: El fluido que aplica la presión para provocar la forma a la pieza es calentado.

Las densidades en verde son mayores al aplicar temperatura, pero el proceso es lento y caro.

-Spray forming: Se produce una solidificación rápida en la que las partículas se van depositando formando la pieza deseada, aprovechando la energía cinética y térmica que poseen tras su atomización.

-Sin aplicación de presión ni temperatura:

-Slip Casting, que se utiliza típicamente en materiales cerámicos.

-Loose sintering, para materiales porosos; este proceso es apropiado para filtros.

Los objetivos del conformado son:

-Obtener el polvo consolidado en la forma requerida.

-Obtener con la mayor precisión la dimensión final de la pieza.

-Obtener en la pieza la resistencia en verde necesaria para manipularla en las etapas siguientes.

-Obtener el nivel y tipo de porosidad² requerida:

²LA POROSIDAD EN PULVIMETALURGIA [1,1]:

La porosidad que queda en materiales pulvimetalúrgicos sinterizados perjudica a las propiedades mecánicas de los materiales, en comparación con las propiedades de los materiales completamente densos. Esto sucede porque los poros actúan como concentraciones de esfuerzos y además reducen el volumen efectivo bajo esfuerzo.

Cuando la porosidad aumenta en un material base hierro, decrecen la ductilidad, resistencia a fatiga, resistencia mecánica, la macrodureza, etc. y sin duda, la propiedad que más se ve afectada es la resistencia al impacto.

Respecto al tipo de porosidad, se consideran siempre dos tipos, la primaria y la secundaria. La primaria se produce en la etapa de conformado y la secundaria se produce en el proceso de sinterización. Por ejemplo, puede haber porosidad secundaria originada por la existencia de una fase líquida durante la sinterización.

Dentro de la porosidad primaria, los poros grandes suelen ser producto del proceso de compactación y los pequeños normalmente son consecuencia de la morfología de la partícula.

Cabe señalar que los poros grandes son perjudiciales, se debe evitar su formación. También se debe saber controlar la distribución de la porosidad, que puede ser homogéneamente distribuida o concentrada en una zona. Interesa una distribución homogénea de los poros.

Los poros irregulares, en general, empeoran las propiedades del material. Hay que saber también que las altas presiones en el conformado me suelen dar lugar a poros puntiagudos que pueden originar grietas. Interesan poros esféricos.

Para mejorar la resistencia al impacto mermada por la porosidad, se puede alea con elementos como el Níquel, que como se explica posteriormente en las propiedades de los elementos aleantes, mejora la resistencia mecánica y la ductilidad del material, aumentando la resistencia al impacto.

Otra alternativa para disminuir los perjuicios de los poros es realizar la sinterización a temperaturas más elevadas o tiempos más largos [5], esto elimina porosidad.

Para conseguir unos resultados óptimos podría interesar realizar una doble compactación y una doble sinterización. También, precalentando los polvos o provocando la infiltración de otra fase que rellene los poros durante la sinterización, son opciones valorables para eliminar la porosidad no deseada.

Actuando sobre el sistema de aleación (buscando soluciones sólidas) también se pueden mejorar las propiedades.

Continuando con el conformado, el proceso de compactación comienza con el prensado de polvos, para darles una forma determinada.

La mezcla de polvo puede contener un lubricante sólido, que es añadido al principio para reducir la fricción entre la masa de polvo y las paredes de los útiles de compactación [6,1].

Las propiedades del producto final pueden configurarse fácilmente utilizando diferentes elementos de aleación y otros aditivos.

El método de compactación más común es el axial, en molde de acero o carburo, normalmente con presiones entre los 400 y los 800MPa [6,2].

La pieza tiene ya la forma predeterminada tras la compactación, pero las dimensiones cambiarán en los pasos posteriores, fundamentalmente durante la sinterización, etapa en la que se suelen producir contracciones en la pieza.

Dentro de la compactación, hay varias etapas:

- Transferencia del polvo: Es el tiempo que tarda el polvo en acomodarse, recién vertido, en el molde.

- Durante la compactación, en las uniones se empiezan a dar deformaciones elásticas y después plásticas. Esto comienza sucediendo en las uniones, después en las partículas y luego en el todo uno.

Se menciona el prensado cuando son partículas que no son esféricas. En este caso se usan otras técnicas de conformado, pues con prensado no se logra obtener una pieza cohesionada.

Defectos tras haber realizado la compactación:

- Que se produzcan grietas:

Puede estar causado este defecto por exceso de lubricante, una mala extracción, con demasiada fuerza o un diseño inadecuado de la etapa, un diseño inapropiado de la pieza o del utillaje.

- Se pueden producir grietas al extraer la pieza, "grietas de extracción" al liberar la pieza. Estas grietas se deben a un mal diseño. Es necesaria una cierta conicidad en el borde superior para contrarrestar la recuperación elástica del material.

- Si la presión que ejerce el punzón es demasiado baja se pueden producir flujos de polvo que eventualmente generarán grietas. Por el contrario, si la presión es demasiado alta, el flujo de material debido al gradiente de presión, originará grietas.

- Si la recuperación elástica es diferente en los dos punzones, al dejar de aplicar presión el punzón superior, se pueden producir grietas.

- Faltas de material:

Debidas a un mal diseño de la matriz, grietas próximas a la superficie o una manipulación inadecuada.

-Porosidad primaria, que se detalla más adelante.

-Al llenar secciones delgadas se puede bloquear el material si el tamaño de partícula es demasiado grande.

-También en secciones menores de 1mm se pueden producir segregaciones.

2.1.2.3-Fase de sinterización:

La sinterización es un tratamiento térmico mediante el cual las piezas compactadas adquieren consistencia. Se calientan en una atmósfera controlada, a una temperatura que marca el componente principal y su temperatura de fusión. Esta temperatura tiene que estar por debajo del punto de fusión del metal que constituye principalmente la mezcla.

Durante la sinterización se producen fenómenos de transporte de masa y difusión de átomos [6,3]. Los principales efectos que se producen son la difusión de átomos tanto en la superficie, como en borde de grano y a través de su volumen. No obstante se detallarán más adelante tanto otros efectos, como los factores que influyen en esta etapa.

Para los polvos de aleación de base hierro, la temperatura de sinterizado está comprendida normalmente entre los 1120°C y los 1150°C, y el tiempo suele ser entre 15 y 60 minutos, en función de la aplicación [6,4]

Tipos de sinterización:

En función de:

1-Temperatura:

-A alta temperatura: Cuando la temperatura supera el 80% del valor de la temperatura de fusión del elemento principal.

En este tipo, se produce gran movimiento de átomos. Disminuye la superficie de partícula, la pieza se contrae y esto conlleva una mejora en las propiedades mecánicas, aunque empeora el control dimensional.

-A baja temperatura, como los aceros que son sinterizados por debajo de ese 80% de la temperatura de fusión.

2-Estado: líquido, sólido.

-Sinterización en fase líquida; habrá fase líquida presente pero nunca será esta fase, del componente principal.

En esta sinterización, se produce primero el fenómeno de reapilamiento (el líquido se extiende), el fenómeno de disolución-precipitación y el fenómeno de coalescencia, en el que los poros desaparecen y las partículas que estaban separadas comienzan a unirse entre sí y los granos pequeños pasan a ser granos gruesos. En esta fase se produce la densificación de la pieza. Los poros resultantes suelen ser redondeados.

-Sinterización Reactiva (es un tipo de sinterización en fase líquida):

A una determinada composición estequiométrica, a una determinada temperatura, se forma una fase intermedia al reaccionar los sólidos A y B, que suele ser exotérmica. La reacción se produce en algunos puntos de contacto entre A y B.

Es muy importante en cerámicos, con enlaces fuertes y difíciles de sinterizar para los que se añaden dopantes que provocan reacciones exotérmicas, que ayudan a la sinterización.

Podemos distinguir en general dos tipos de sinterización en fase líquida:

- Permanente: con fase líquida durante todo el tiempo, a la temperatura de sinterización.

- Transitoria: No se ven vestigios de líquido en la microestructura.

Con este tipo, puede ocurrir que haya una porosidad secundaria.

El caso más típico es el de los aceros con cobre, donde el cobre se funde, difunde y deja grandes poros.

- Sinterización "Supesólidos" (SLPS).

La temperatura de sinterización es algo superior a la línea de sólidos del diagrama de fases; es típico en aceros o aleaciones prealeadas. Se forma el líquido suficiente para que se active el proceso.

3- Presión: sinterización a presión atmosférica o bajo presión.

4- Activación: clasifica el tipo de sinterización en función del factor más influyente para activar la misma. Estaría por ejemplo la sinterización activada, por ejemplo, por tamaño fino de partícula.

5- Horno: según el tipo de horno que se utilice.

6- Atmósfera:

Normalmente la atmósfera interfiere con el material que se sinteriza, excepto con gases inertes o en vacío, aunque no hay atmósferas totalmente inertes.

Las funciones de una atmósfera deben ser:

- Eliminar el lubricante que se ha utilizado para prensar

- Evitar la oxidación, sobre todo a alta temperatura. Si además reduce los óxidos, esto es también deseable. El efecto que tiene el oxígeno residual en las partículas es perjudicial porque la formación de óxido dificulta la difusión de unas partículas a otras durante la sinterización.

- Evitar la decarburación. Aunque a veces debe ser ligeramente carburante.

- Provocar sobrepresiones, pues la presión activa la sinterización

- Purgar aire

- Impedir la entrada de aire

-Homogeneizar la temperatura del horno

En el caso del acero, los hornos tienen zonas identificadas desde el punto de vista de atmósferas y rangos de temperaturas [6,5]. Se puede ver un esquema ilustrativo en la figura 2.

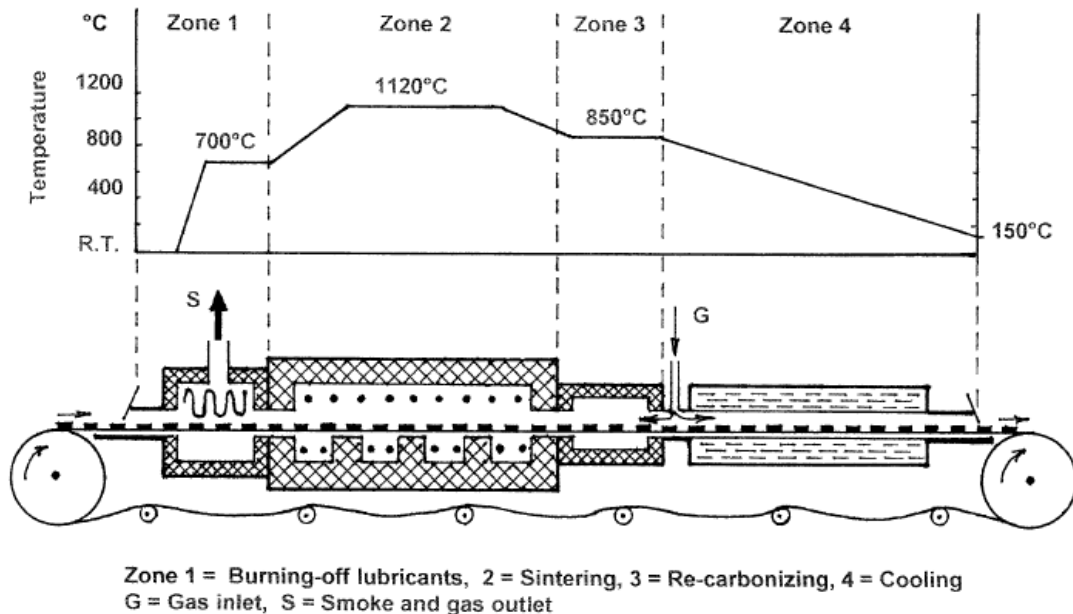


Fig.2. Zonas del horno de sinterización. [6,6]

Estas son las zonas del horno de sinterización de los aceros en más detalle:

Zona 1: Quemado del lubricante (300-700°C) y difusión del carbono (800°C-950°C).

Los lubricantes son, generalmente, elementos carbonosos, se necesitará O_2 en cantidades no muy abundantes. El lubricante suele ser un polímero que se ha de fundir, romper sus macromoléculas y quemarse con presencia de oxígeno. Se necesitará, por tanto, una atmósfera ligeramente oxidante. Tras el quemado del lubricante, a unos 800°C, se empieza a producir la difusión del carbono, entre los 800 y los 950°C.

Zona 2, la "zona caliente" (1100-1300°C) y zona 3, recarburización:

En estas dos zonas se da la fase principal, el sinterizado propiamente dicho, donde se producen fenómenos de difusión pero también se producen oxidaciones y reducciones así como carburizaciones y decarburizaciones, dependiendo de las presiones parciales, por eso la atmósfera aquí ha de estar muy controlada.

Es interesante tener una atmósfera no oxidante, incluso reductora, que no decarburice, y que elimine los gases. No es interesante tener en esta etapa

O₂, H₂O (el gas lleva siempre vapor de agua) ni CO₂ porque oxidan el metal. Se puede reducir el óxido con atmósfera de H₂ y con CO.

Las posibles atmósferas de sinterización se detallan a continuación:

-Sinterización en vacío: La sinterización en vacío protege e introduce una sobrepresión. Esta es una atmósfera indicada para materiales que se han de proteger frente a corrosión, como aceros rápidos y aceros inoxidable. En otro tipo de aceros, podrían darse fenómenos como la decarburización.

-H₂: Es una atmósfera reductora y decarburizadora. Reacciona con el O₂, eliminándolo del material, sin introducirse en la red del hierro. Es inerte químicamente. Por otro lado, conduce bien el calor.

Sus desventajas son que es caro y explosivo, esto último obliga a tomar medidas específicas para que no se produzcan accidentes. No puede entrar oxígeno en el horno, y el H₂ no puede salir del mismo, porque habría riesgo de explosión. Estas razones hacen que no se use puro generalmente.

Otra desventaja que presenta, a pesar de ser inerte químicamente, es la posibilidad de que se produzca fragilización por hidrógeno.

-N₂: No es reductor, por tanto no elimina el O₂. No es un gas inerte. Además éste sí se introduce en la red del hierro. Forma un eutectoide que hay que tener en cuenta.

Es buen conductor del calor, aunque no tan bueno como el H₂. En los aceros inoxidable puede producir pérdidas de cromo. No es explosivo y es más barato que el H₂.

-Amoníaco disociado: 75%H₂, 25%N₂.

No es tan explosivo como el H₂, es más barato y además tiene un alto punto de rocío y arrastra vapor de agua. Hay que tener precaución porque, además de arrastrar agua, puede arrastrar amoníaco líquido que aún no se haya disociado y puede oxidar la pieza. Es una atmósfera decarburizadora y reductora.

-Mezclas N₂ + H₂ con o sin CH₄. Para evitar la decarburización se puede añadir un 1 o 2% de CH₄. Permite tener un alto punto de rocío, a la vez que protege el compacto y reduce el óxido.

-Endogas: Es una atmósfera reductora y carburizadora. Destacan tres.

- Endogas a partir de hidrocarburos

- Endogas sintético

- Endogas altamente diluido (endogas + N₂)

-Metano, propano: Son atmósferas que introducen carbono.

-Gases nobles: Como por ejemplo el Argón, que es pesado y arrastra al resto de gases, protege al compacto, pero no es aplicable a nivel industrial.

Para la zona 3, la de recarburización, se utiliza CO, CH₄, 2CO, pero propician la aparición de O₂, que no es deseable.

Tampoco interesa que se produzca la "lluvia de hollín", en producción de acero. Este fenómeno sucede con determinadas proporciones de H₂ y H₂O y también en presencia de CH₄, que se ha mencionado que se utiliza para carburizar. El metano puede hacer que se forme cementita, que tampoco es deseable.

Zona 4: Zona de enfriamiento.

Puede ser lento o rápido, incluso con temple; los enfriamientos rápidos son más complicados, se suelen hacer con camisas de agua. Cambiando la velocidad de enfriamiento se pueden modificar las propiedades del material. Es importante en esta zona que no entre O₂ desde la salida y se produzca la oxidación de la pieza.

Factores importantes en el proceso de sinterización [6,4]:

-Temperatura y tiempo:

A mayor temperatura de sinterización, menor tiempo se necesita para conseguir el grado de unión deseado entre las partículas de polvo. Esto plantea un dilema que obliga a elegir entre mayor gasto económico, derivado del mantenimiento del horno de sinterización cuando funciona a mayores temperaturas, o mayor eficiencia productiva.

A nivel de propiedades, el factor temperatura es siempre más determinante que el tiempo de sinterización.

-Estructura geométrica de las partículas del polvo:

Las partículas finas con alta porosidad interna y alta superficie específica sinterizan más rápido que los polvos formados por las partículas compactas y gruesas. Sin embargo, las partículas finas son más difíciles de compactar que las gruesas. Nuevamente se plantea la elección que sea más práctica.

-Composición de la mezcla del polvo:

Los componentes de una mezcla de polvo y su proporción se eligen teniendo en cuenta tanto las propiedades finales del compacto como la variación dimensional durante el sinterizado. Cuando se trata de una mezcla

de varios elementos metálicos, el proceso de aleación tiene también lugar durante la sinterización, además de la unión de partículas.

A las temperaturas normales de sinterización, el proceso de aleación sucede lentamente a excepción de cuando se trata de hierro y carbono. Por tanto, cuando no se está en este caso, la homogeneización completa de los elementos de la aleación metálica no es posible. No obstante, el hecho de que uno de los elementos forme una fase líquida podría acelerar el proceso tanto de aleación como de unión entre partículas.

-Densidad del compacto: A mayor densidad presente el compacto, mayor contacto existe entre las partículas del compacto y más efectivo es el proceso de unión entre partículas.

-Composición de la atmósfera protectora utilizada en el horno de sinterización.

-Contenido en lubricante: Es conveniente que todo el lubricante se elimine.

-Velocidades de calentamiento y enfriamiento.

-Método de aleación: Según se haya hecho atomización, mezcla, etc.

Durante la sinterización se forma una microestructura propiamente dicha, con una porosidad cuya forma y tamaño variará, así como su homogeneidad, en función de la aleación. Además, determinados elementos pueden favorecer la presencia de algunas fases durante la etapa de sinterización, como se muestra a continuación:

-Algunos elementos aleantes y sus efectos durante la sinterización:

Níquel [1,1]:

El níquel es un elemento gammágeno, por tanto, estabiliza la fase austenítica. En tiempos cortos de sinterización, con microestructura heterogénea, se generarán zonas con austenita retenida que aportan resistencia a fatiga, porque frenan el avance de las grietas. Si se somete a alto tiempo la sinterización, el Níquel difunde mejor y la microestructura es más fina. En las zonas de baja concentración de níquel se formarán martensitas blandas.

El níquel es uno de los elementos que producen contracción en la pieza, lo que conlleva mayor densidad y mejores propiedades pero peor control dimensional.

Por encima de los 1150°C en la sinterización, ésta es más activa; el níquel proporciona sinterabilidad y los poros se redondean, hecho que mejora la resistencia al impacto³ así como la resistencia a fatiga.

En general el Níquel tiene velocidad de difusión baja [6,7]. Es poco afín por el oxígeno. Es un elemento clasificado como peligroso y con efectos cancerígenos, además de ser caro.

³Mejora de la resistencia al impacto: En general, la presencia de aleantes mejora esta propiedad. Se trata de disminuir el efecto de la concentración de esfuerzos en los poros. Esto se logra con sinterización en fase líquida, sinterización a altas temperaturas, sinterización de un material ferrítico, doble compactación y adición de elementos de aleación que produzcan contracción. A veces es necesario recurrir a varios de estos métodos para poder conseguir que esta propiedad mejore. [1,1]

Fósforo [6,9]:

La sinterización del polvo de hierro se activa con pequeñas adiciones de fósforo. Los porcentajes que se suelen añadir de fósforo están comprendidos entre el 0,4 y el 0,6%.

Éste estabiliza la fase ferrítica y la autodifusión del hierro es aproximadamente 300 veces más rápida en la ferrita que en la austenita, porque la estructura cúbica centrada en el cuerpo es menos compacta. [6,8]

Al facilitar la difusión, se produce redondeamiento de poros y una mayor densificación. Respecto a los poros, aquellos de pequeño tamaño, en el proceso de sinterización desaparecen, haciéndose más grandes los poros de mayor tamaño. El redondeamiento de poros, como se mencionaba antes, incrementa la resistencia al impacto.

El fósforo también incrementa la resistencia mecánica y la ductilidad, produciéndose todos estos efectos a temperaturas inferiores a los 1150°C. Presenta baja afinidad por el oxígeno. Un inconveniente es que segrega en un intermetálico muy frágil, que ha de evitarse. [15]

Carbono:

Es un reductor de las capas de óxido que se forman sobre las partículas.

Tiene difusión intersticial, no necesita por tanto vacantes para difundir. Es primer elemento que difunde, a unos 800°C [4,4]. Se pueden dar pérdidas de carbono por su gran actividad, la pérdida de carbono puede conllevar contracción.

Por otro lado, el carbono por sí sólo también ayuda a la contracción. Es interesante su presencia cuando tengamos elementos que tiendan a hinchar la pieza. Esto es aplicable a todos los elementos que generan contracción.

Molibdeno:

Estabiliza la fase ferrítica. Es un aleante caro. Presenta poca afinidad por el oxígeno. No difunde intersticialmente sino que necesita vacantes para su difusión [6,7].

El añadirlo como aleante, implica modificar la nariz bainítica en el diagrama TTT, adelantándola. Esto implica que para una misma velocidad de enfriamiento, la adición de molibdeno haría pasar de obtener microestructura bainítica a tener microestructura de bainita y martensita.

El molibdeno produce un efecto de contracción durante la sinterización. Los porcentajes adecuados de aleación serían entre el 0,2 y el 1,5% [15].

Manganeso [11,1]:

El manganeso sublima a temperaturas entre los 600-800°C y es altamente reductor. Reduce los óxidos a alta velocidad al sublimar relativamente a bajas temperaturas. Al formar el oxígeno un compuesto óxido con el manganeso y escapar de la pieza, se consigue homogeneización.

La desventaja que presenta es que pueden darse pérdidas de manganeso por esta misma razón. Esto se suple añadiendo cantidades extra de este aleante.

Cabe destacar que habitualmente, cuando se introduce cromo o manganeso, se suele introducir también molibdeno. El manganeso puede ser una alternativa al níquel.

Cromo:

Es un elemento muy afín por el oxígeno [11,1], formando una capa pasivadora de óxidos estables con oxígeno y hierro, que protege de la oxidación. La diferencia entre una capa de óxido deseable y una capa de óxido perjudicial es que las capas deseables recubren y tienen adhesión y plasticidad y en las capas no deseadas el óxido se resquebraja en su superficie y no es estable ante determinadas atmósferas. Exige, por esta gran afinidad por el oxígeno, atmósferas específicas en la sinterización. Es adecuada la sinterización en vacío.

Otra ventaja, a parte de la formación de óxidos estables, es que aporta resistencia a fatiga. Su difusión es a través de vacantes, no intersticial.

Cobre [6,10]:

Es el principal elemento en pulvimetalurgia junto al carbono. A diferencia de la metalurgia tradicional, en la que se le trataba como impureza, aquí es muy considerado como aleante.

Entra a formar una solución sólida, que genera un endurecimiento por solución sólida. Además, forma una fase líquida durante la sinterización y por lo tanto, la activa.

El principal inconveniente que presenta es que hincha las piezas, por la fase líquida y porque al difundir deforma la red del hierro, aumentando mucho el parámetro de la misma, a pesar de tener un radio atómico similar. Parte del cobre difunde en la red del hierro y cuando funde, difunde bruscamente en la misma.

La difusión de este aleante empieza a ser importante a los 1083°C. Al fundir, entra primero por la zona entre partículas y a continuación, en los bordes de grano de tal manera que aumenta el volumen. Después, seguirá difundiendo hacia el interior. Los porcentajes recomendables son de entre el 2 y el 4% porque difunde muy lentamente y podría quedar libre.

Metalográficamente, se observa cómo la lenta difusión produce que haya concentración en los bordes y en el centro de las partículas se encuentre en mucha menos proporción. Se observarán aureolas en el borde de partícula.

Se observará porosidad secundaria por quedar huecos tras la sinterización donde teníamos el cobre. Es inevitable pero hay que intentar que sea la menor posible.

Es un elemento cuya difusión es de las más complicadas [6,7], junto con el níquel y el molibdeno.

A continuación se describen los efectos que se producen durante la sinterización:

-Variaciones dimensionales: Habrá en general contracción del material. En algunos casos, como se comentaba, puede darse una dilatación. Que el proceso sea "controlable" dimensionalmente implica que éste sea predecible.

-Transformación de fase: En los aceros, por ejemplo, podrán darse cambios de fase, de ferrita a austenita y de austenita a ferrita; habrá que controlar las temperaturas cuando esto suceda.

-Reacciones químicas indeseadas: Como por ejemplo, la oxidación.

-Fuerzas motrices durante la sinterización [3,3]:

1.-Reducción de la energía libre: Cualquier sistema tiende a reducir su energía libre cuando aplico temperatura; los poros tienden a minimizarse y redondearse para minimizar su energía superficial. A mayor irregularidad de partícula y menor tamaño, más peso tiene este tipo de fuerza motriz.

2.-Evaporación-Condensación: Especialmente en metales, hay diferentes tensiones de vapor según las zonas. Las que tienen alta presión de vapor (convexas) tienden a pasar a fase vapor y condensarse en las de baja presión, las cóncavas, favoreciéndose el crecimiento de cuellos.

3.-El hecho de que la concentración de vacantes en zonas de cuellos sea mayor que en otras zonas produce movimiento de átomos desde zonas con menos vacantes. Esta difusión se activa térmicamente.

Mecanismos de transporte de masa durante la sinterización:

1.-Evaporación-condensación

2.-Fluencia plástica: Se da en metales y cerámicos. Si se sinteriza bajo altas presiones, las dislocaciones se mueven al aumentar las tensiones y con ese movimiento se provoca el transporte de átomos.

3.-Difusión: Este fenómeno aumenta con la temperatura. Ya se comentó que para que haya difusión tiene que haber vacantes, a menos que sea difusión intersticial (que sucede con el carbono, hidrógeno, nitrógeno y oxígeno).

En general, en materiales con densidad en verde muy alta la sinterización apenas densifica porque la difusión, principal mecanismo de transporte de masa, está muy restringida.

Tipos de difusión:

1.-Difusión superficial

2.-Difusión por los bordes de grano

3.-Difusión a través del volumen

2.1.2.4.-Etapas posteriores a la sinterización: Operaciones de acabado y operaciones secundarias.

Después de que la pieza salga del horno, se pueden realizar diversos tratamientos, de manera similar a la que se realizan con los aceros convencionales. Las operaciones de acabado afectan a las dimensiones y tolerancias de las piezas y las operaciones secundarias afectan a la composición de la pieza, mejorando las propiedades.

-Endurecimiento superficial:

[3,4] Para controlar el abanico de operaciones de acabado, se ha de conocer bien la densidad del material sinterizado, sobre todo cuando se recubre la pieza con un fluido. Si es el caso de una pieza con densidad baja y alta porosidad, será más difícil controlar la dureza superficial. Es importante evitar la porosidad interconectada (empieza a ser despreciable cuando se tienen densidades superiores a los 6.9g/cm^3). La adición de fósforo o azufre puede solucionar este problema.

-Determinación de la profundidad del tratamiento superficial: Ha de ser una profundidad uniforme en la pieza. El espesor de capa lo proporciona la capa de microdureza media de 550 HV0.1 (ó HV0.05) Vickers [11,2].

Cementación: No es típica de los aceros sinterizados. En estos, se aplica en componentes con alto contenido en níquel. Se realiza a temperaturas a las cuales tenemos austenita, por ser una fase que introduce el carbono en su red. La temperatura óptima es entre 820°C - 920°C .

El tiempo se modifica para obtener capas más gruesas, aunque depende de la temperatura que se aplique. Si se aplican entre 850°C y 860°C , el intervalo de tiempo varía entre 1 y 4 horas. Si se están aplicando temperaturas altas (920°C), el tiempo se reduce a 15 minutos. Suelen utilizarse gases enriquecidos con CO ó CH_4 .

Después de la cementación se suele realizar un temple y revenido, aprovechando que se está a la temperatura de austenización cuando se cementa. Habría que realizar el temple desde los 850°C , por lo que si se ha cementado por encima de esta temperatura, habría que enfriar en horno hasta bajar a los 850°C .

El acero sinterizado no se temple en agua, porque su porosidad permitiría el paso del agua al interior de la pieza, pero sí se puede templar en aceite, que se encuentra entre 50°C y 60°C . El revenido suele ser a 150°C , para aliviar tensiones y prácticamente no modifica las propiedades.

La densidad de la pieza determina el espesor de la capa. A mayor densidad, menor espesor de capa cementada.

Si además de introducir carbono, se introduce nitrógeno, sería un acabado de Carbonitruración. Esta operación es más parecida a la cementación que a la nitruración y se hace en el rango de temperaturas de la cementación. Se aplica principalmente en aceros de baja aleación. A igual distancia a la superficie de la pieza, se consigue más dureza con la carbonitruración.

La nitruración puramente dicha sin cementación, se realiza a temperaturas más bajas que la de austenización (500°C-520°C), preferible cuando se tiene fase ferrítica y utilizando una atmósfera de amoníaco disociado. Para un material sinterizado, la nitruración puede ser gaseosa o en plasma. Para la variante de nitruración con plasma, se aplica un potencial eléctrico en presencia de una atmósfera de N₂ a baja presión que se ioniza formando plasma; la pieza actúa de cátodo y el horno de ánodo. Esto sucede entre 470°C y 570°C.

La nitruración aporta mayor dureza superficial que la cementación. Además, la formación de nitruros genera una red en la superficie que crea tensiones superficiales de compresión que son apropiadas para fatiga, es decir, aporta un endurecimiento estructural. El enfriamiento que necesita es ordinario.

Nitrocarburation: Es una variante en la que se realiza cementación y nitruración pero a temperaturas más altas que la nitruración aunque no llegan a ser las temperaturas de austenización. La temperatura habitual es de 570°C, el tiempo entre 1 y 2 horas. Los gases utilizados son endogas y amoníaco disociado. El proceso acaba con un temple.

Otro tratamiento es el Physical Vapor Deposition, en el que se deposita superficialmente cromo y titanio además del nitrógeno.

Infiltración: Es posible sinterizar y después infiltrar o realizar ambas cosas al mismo tiempo. Se realiza a temperaturas más altas que la temperatura de fusión del infiltrante, que se funde y penetra en la pieza. La infiltración se suele realizar con metales; discos de cobre o aleación base cobre prensado.

Presenta la ventaja de que aumenta la densidad y la resistencia, así como la impermeabilidad y presurización de las piezas, pero el control dimensional disminuye y aumenta el coste de materias primas y producción.

Impregnación con polímeros: La pieza se sumerge en un polímero líquido, en una atmósfera de baja presión. Tras la inmersión, se incrementa la presión en la cámara y por último, se aplica temperatura para que cure el polímero.

Este proceso impermeabiliza y presuriza las piezas, mejora la resistencia a la corrosión así como el mecanizado y prepara para operaciones de acabado superficial, pero es un proceso costoso.

Impregnación con aceite: Interesan para esta operación, materiales porosos para conferir la propiedad de autolubricación. Se realiza en un tanque de aceite caliente o frío, dentro de una cámara de baja presión.

Tras sumergir la pieza, se incrementa la presión en la cámara, de igual forma que con la impregnación por polímeros. Esta impregnación con aceite también se puede utilizar para incrementar la resistencia al desgaste de los engranajes.

Calibrado: Es una especie de "forja en frío". A mayor presión de calibrado aplicada, mayor resistencia a tracción se consigue en la pieza.

Desbarbado y limpieza, cuando la pieza está ya sinterizada: Se elimina grasa o suciedad, rebabas o aceites o lubricantes.

Para eliminar las rebabas, hay varios métodos. Uno de ellos es el barrilado, en el cual se introducen las piezas en un barril con cerámicos abrasivos dentro de un tambor giratorio. Existe también el desbarbado vibratorio en el que se aplica vibración además del barrilado. Otro método consistiría en desbarbar mediante medios abrasivos y aire comprimido (Shot blasting).

La limpieza por ultrasonidos y la electrolítica-alkalina eliminan las contaminaciones y los recubrimientos no metálicos respectivamente.

Granallado: Se disparan perdigones de acero que cierran los poros y endurecen la superficie por deformación, mejorando también la resistencia a fatiga e introduciendo tensiones de compresión en la superficie.

Recubrimiento electrolítico: La pieza se comporta como un cátodo, sumergida en un líquido electrolítico. Se recubre la superficie con una capa metálica delgada. Los recubrimientos pueden ser níquel, cromo, cinc y cadmio. Es necesario eliminar los poros para evitar la corrosión y tener una capa metálica sin irregularidades.

Fosfatado: Se trata de la creación de una capa controlada de fosfato de hierro en medio ácido fosfórico, para impedir la corrosión. Sólo se aplica sobre piezas selladas, sobre todo por granallado.

Adición de azufre: Como se mencionaba antes, el azufre reduce la porosidad interconectada porque durante la sinterización forma una fase líquida.

Tratamientos al vapor: En un material sinterizado con poros se pueden sellar los poros con tratamiento al vapor. Son típicos de los aceros de baja aleación y exclusivo de los sinterizados. Las piezas toman un color negruzco.

Se hace a una temperatura inferior a 550°C y aplicando algo de presión, en una atmósfera de vapor sobrecalentado.

Se busca que se forme magnetita (Fe_3O_4) en la superficie, que protege de oxidación y cierra los poros, además de aportar la dureza y resistencia al desgaste propios de la magnetita. Este tratamiento, microestructuralmente, hace que el vapor de agua entre en los poros, los oxide y llegue a sellarlos.

Es importante que se dé una alta turbulencia en el vapor, evitar puntos donde no esté la pieza en contacto con el flujo y extraer el aire que pueda reaccionar con el H_2 para evitar que reaccione el hidrógeno gas con la magnetita. Es muy importante también controlar la temperatura del proceso; si se sobrepasan ciertas temperaturas, se formará una capa de óxido de hierro que además de no ser adherente, no resiste a la corrosión y empeora el aspecto de las piezas.

Otras técnicas de acabado serían la densificación en caliente, que forma parte de un conformado más avanzado. Tras haber compactado y sinterizado, se realizaría una forja en caliente que cierra totalmente los poros y aumenta la densidad.

También existe el sinterforjado, que consiste en aplicar, tras la sinterización, una etapa de calentamiento en el horno de inducción y por último, una forja. Se realiza en atmósferas reductoras como la de H_2 . Para

esto es necesario un lubricante sólido que proteja de las fricciones que se producirán entre herramienta y pieza.

Tanto en el caso del sinterforjado, como en el caso de la densificación en caliente, se produce el fenómeno de la recristalización dinámica al aplicar deformación y temperatura al mismo tiempo, aunque en el sinterforjado se aplican temperaturas más bajas para evitar un mayor desgaste de herramientas.

2.1.3-Ventajas de la pulvimetalurgia frente a otras formas de fabricación [3,1]:

-En ciertos casos, la pulvimetalurgia es la única forma de producir determinadas piezas con determinados materiales. Por ejemplo, carburos cementados o materiales compuestos con matriz metálica.

-Ausencia de mecanizado, que implica ahorro de material y energía. Esta ventaja implica que la industria pulvimetalúrgica en muchas ocasiones esté basada en las producciones de grandes series donde el coste del mecanizado influya decisivamente en el coste del producto sinterizado.

-Las formas obtenidas mediante pulvimetalurgia permiten ser complejas y fácilmente reproducibles.

-Existe gran variedad de materiales que pueden ser procesados por pulvimetalurgia.

2.2.-Aceros sinterizados:

Dentro de las aleaciones férreas que se pueden procesar vía pulvimetalurgia están los aceros de baja aleación, los aceros de herramientas y los aceros inoxidables.

2.2.1.-Aceros de baja aleación [3,7], [3,6]:

Aquellos que contienen menos del 5% en peso de elementos aleantes. Entre ellos se encuentra el hierro sinterizado.

-Hierro sinterizado: Existen dos grupos destacables de hierros sinterizados, el hierro esponja y el hierro atomizado.

2.2.1.1-Hierro esponja:

Este polvo se obtiene por un método químico de reducción. El todavía mineral, colocado en cilindros alternos mineral-coque, se traslada mediante una vagoneta dentro de un horno. La temperatura se mantiene a unos 1200°C.

Durante el paso del mineral por el horno, se producen salidas de gases que atraviesan el mineral, salidas que provocan el estado altamente poroso del mineral. Ese mineral poroso es molido y el tamaño de partícula controlado, obteniendo finalmente el polvo de hierro esponja.

Para una presión de compactación de 600MPa, su resistencia mecánica es de entre 170 y 215 MPa, aunque ésta puede mejorar bastante si se hace doble compactación y doble sinterización.

2.2.1.2-Hierro atomizado:

El método de fabricación (atomización) se comentó anteriormente; queda añadir que, en comparación con el hierro esponja, tiene mayor compresibilidad, mayor densidad, mayor resistencia mecánica, límite elástico y mayores alargamientos.

Tanto para el hierro esponja como para el hierro atomizado, las propiedades después de sinterizar dependerán del tamaño de partícula y de su distribución.

Entre ambos tipos, las diferencias fundamentales son la porosidad, la morfología y la pureza, pues tienen contenidos en carbono y oxígeno muy distintos. El polvo de hierro esponja contiene más impurezas y suele ser más barato que el atomizado, y más reactivo. Sus partículas son más irregulares.

Para obtener la misma densidad (7g/cm^3) se tendría que aplicar el doble de presión al hierro esponja que al hierro atomizado. Además, a igual densidad, la porosidad del hierro reducido es más fina y distribuida.

2.3-Hierro atomizado ASC 100.29:

A continuación mostraremos lo más destacable del hierro atomizado ASC100.29, que es con el que se ha trabajado.

La materia prima para obtener este polvo de hierro es la chatarra de acero. En este caso, la chatarra ha pasado por las fases de fusión, atomización en estado líquido con agua, secado, tamizado y reducción [17].

Proceso de fusión:

- Se puede hacer por inducción, que son corrientes eléctricas que calientan el metal hasta fusión.

- También se puede realizar la fusión a través de una cámara de fusión que tiene en su interior un crisol dotado de medios de calentamiento para llevar al estado líquido. Hay un conducto de interconexión que comunica la cámara de fusión con la cámara de dispersión.

Proceso de atomizado: Tras la fusión, la inyección de agua en chorros cruzados que producen la solidificación inmediata del líquido en partículas muy pequeñas. Este proceso se explicó con mayor detalle anteriormente.

Procesos de secado, tamizado y reducción: Interesa eliminar el vapor de agua que pueda quedar en el polvo, así como residuos de agua en estado líquido para evitar la oxidación del polvo. Como se comentaba, el óxido dificulta la difusión de las partículas. La purga con gases inertes del tanque, ayuda a minimizar la oxidación del polvo.

El secado se realiza con un recocido (como se puede observar en la figura 3).

El tamizado posterior ayuda a clasificar el polvo por tamaños, aunque utilizando la atomización para conseguir los polvos, el tamaño de las partículas está muy controlado.

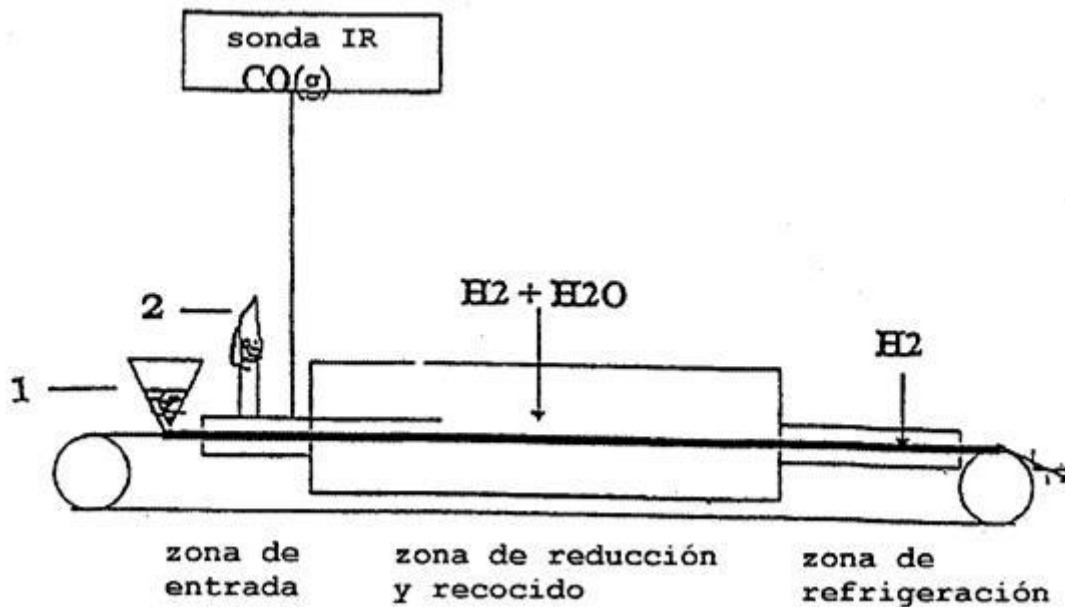


Fig.3. Vista esquemática del horno de cinta transportadora para realizar la reducción y el recocido [1,4].

En la figura 3, este horno de cinta transportadora incluye un analizador de infrarrojos para medir la concentración de CO y para la adición de H_2 húmedo.

El ASC100.29 es un polvo de hierro atomizado. Se caracteriza por su alta pureza y compresibilidad⁴. Ésta permite la posibilidad de, con una única compactación y sinterización, obtener densidades de hasta 7.2 g/cm^3 . Además, la alta compresibilidad daña menos los útiles de compactación. [17], [4,3].

Las características de este material lo hacen idóneo para partes estructurales de alta densidad y como material base para aplicaciones magnéticas.

Se eligió hierro más carbono para determinadas probetas en lugar de polvos de acero porque el polvo de acero es más duro y requiere mayores presiones de compactación.

En la Figura 4 se observa una imagen al microscopio del hierro ASC100.29.

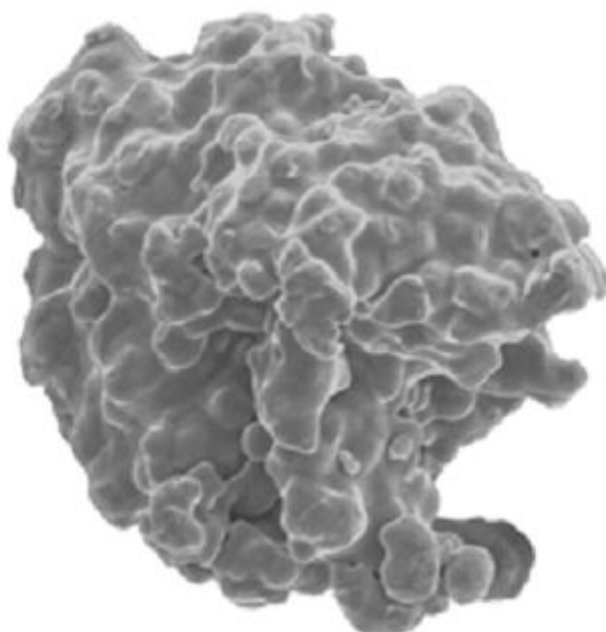


Fig.4. Polvo de hierro atomizado ASC100.29 [4,1]

A continuación se pueden ver en las tablas 1 y 2 las características generales del polvo de hierro atomizado ASC100.29.

PROPIEDADES EN VERDE

Presión de compactación (MPa)	Compresibilidad (g/cm ³)	Resistencia en verde (MPa)
400	6,77 - 6,82 – 6,79	9 - 14
600	7,20 - 7,17 – 7,19	41 - 14 - 21
800	7,45 - 7,31 – 7,36	16 - 24

Tabla 1. Propiedades en verde del hierro atomizado ASC100.29

⁴Compresibilidad: La curva de compresibilidad se forma con pares de valores en los que se representa la densidad compactos normalizados cilíndricos con un diámetro de 25mm frente a la presión de compactación aplicada.

La densidad del compacto se mide dividiendo el peso por el volumen aparente. Hay que diferenciarla de la densidad en verde; ésta es la densidad de un compacto normalizado cilíndrico de 25mm de diámetro compactado a una presión estandarizada (600MPa).

La compresibilidad es el factor que determina cuán alta tiene que ser la presión aplicada para conseguir la densidad deseada. [4,2]

Densidad aparente (g/cm ³)
2,98

Tabla 2. Densidad aparente del hierro atomizado ASC100.29.

En la tabla 1 mostrada arriba se observan los rangos de compresibilidad y resistencia en verde que incluyen tres valores, son los teóricos con los tres tipos de lubricación tenidos en cuenta; matriz lubricada, estearato de zinc (0,8%) y kenolube P11 (0,6%), respectivamente. A las presiones de compactación de 800 y 400MPa no hay dato para la resistencia en verde para matriz lubricada como técnica de lubricación. En la tabla 2 encontramos el dato de la densidad aparente. [19]

A continuación en la figura 5 se muestra la variación de la densidad en verde con la presión de compactación para este hierro atomizado;

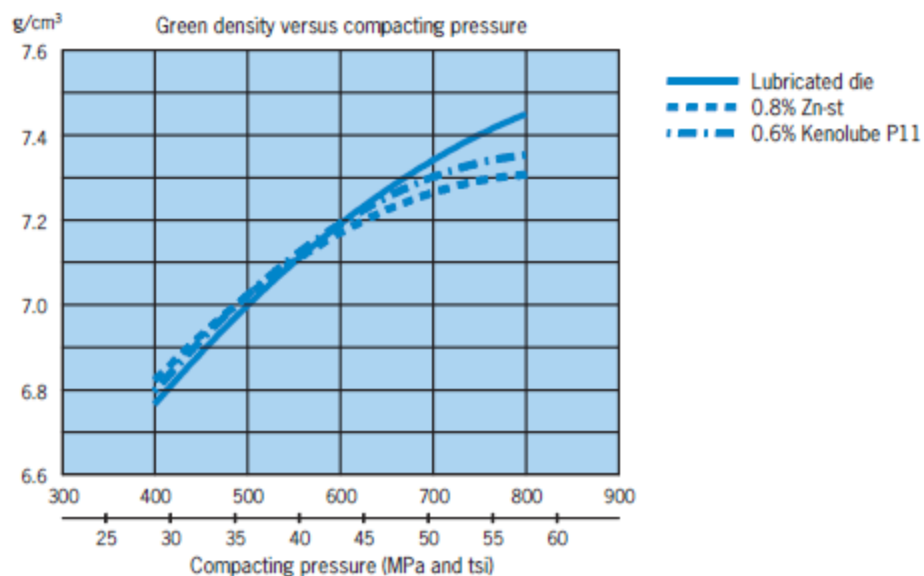


Fig.5. Representación de la densidad en verde en función de la presión de compactación.

En la figura anterior se representa la variable densidad en verde versus la presión de compactación, de nuevo para tres tipos de lubricación diferente: Matriz lubricada, estearato de zinc y kenolube P11 [19].

A continuación en la tabla 3 se ofrecen las características del polvo sinterizado, tras compactar a una presión de 600MPa, y aplicar una temperatura de sinterización de 1120°C durante 30 minutos en una atmósfera de 90/10 N₂/H₂, con rampas de calentamiento y enfriamiento de 0,8°C/s.

PROPIEDADES SINTERIZADO

Densidad sinterizado (g/cm ³)	7,02
Dureza HV10	185
Límite elástico (MPa)	460
Resistencia a tracción (MPa)	585

Tabla 3. Propiedades del hierro atomizado ASC100.29 sinterizado [19]

A la vista de los datos de las tablas 1, 2 y 3 y de la figura 5, se deduce que este hierro atomizado tiene una buena compresibilidad, una densidad y resistencia en verde apropiadas y, después de sinterizar, presenta unas buenas propiedades mecánicas.

Las características de este polvo de hierro lo hacen apto para piezas que requieran una densidad media-alta, con propiedades ligeramente magnéticas. Ejemplos de aplicación: pedales y poleas [19]

Otro tipo de aleaciones férreas que interesa mencionar en este proyecto son los aceros inoxidable sinterizados. El utilizado en el proyecto ha sido el 304LHD (austenítico).

2.4.-Acero inoxidable austenítico 304LHD

El acero inoxidable contiene un mínimo de un 12% en peso de cromo. Como mencionábamos anteriormente, el cromo se combina con el oxígeno formando óxido de cromo que actúa de capa pasivadora.

En este caso, el 304LHD se trata de un 18% de Cromo y un 8% de Níquel [3,6].

Pulvimetalurgia e inoxidables [3,7], [3,5]:

-La pulvimetalurgia en aceros inoxidables desempeña un papel importante y representa un segmento creciente en esta industria.

Con el empleo de pulvimetalurgia, las técnicas de unión por soldadura son eliminadas y esto en los inoxidables es interesante porque presentan mala soldabilidad, además la pulvimetalurgia evita operaciones de mecanizado y ensamblado y ahorra energía, lo que reduce costes. No obstante el coste de introducir un inoxidable en pulvimetalurgia no es despreciable, no sólo porque es más caro el polvo, sino porque la sinterización es más complicada.

El criterio determinante para decidir utilizar un acero inoxidable pulvimetalúrgico en lugar de un inoxidable de colada es la resistencia a la corrosión que se necesite para afrontar las condiciones ambientales en el servicio de la pieza. La corrosión se ve afectada por factores como el pH, los agentes químicos, las impurezas, la aireación, la temperatura y la velocidad de los fluidos que contactan con la superficie de la pieza.

Se tienen en cuenta para utilizar acero inoxidable pulvimetalúrgico, además de la resistencia a la corrosión en servicio, otros factores como por ejemplo

el nivel de propiedades mecánicas requerido en servicio, el método de fabricación y el coste total.

En general, todos los parámetros de la sinterización afectan negativamente al comportamiento a corrosión aunque esto se puede mejorar con tratamientos superficiales, de forma que se adquiriera finalmente una resistencia a corrosión buena y apreciables propiedades mecánicas. El inoxidable austenítico especialmente, combina bien estas propiedades mencionadas.

Normalmente se añaden operaciones para disminuir la porosidad, en particular interesa eliminar la porosidad abierta, que determina el comportamiento a corrosión de los inoxidables.

La adición de determinados elementos produce efectos beneficiosos o perjudiciales sobre los inoxidables. En la tabla 4 se representa una matriz materiales-propiedades donde se puede ver el efecto positivo o negativo de ciertos aleantes:

Elemento	Comportamiento a corrosión	Propiedades mecánicas	Alargamiento	Compresibilidad
Silicio	Mejora	Mejora	Empeora	
Cobre	Mejora	Mejora		Mejora
Níquel	Mejora			
Estaño	Mejora			
Bronce	Mejora	Mejora		
Boro	Mejora	Mejora	Mejora	
Plata, Oro, Platino	Mejora	Mejora	Mejora	

Tabla 4. Influencia en las propiedades propiciada por los aleantes, en los inoxidables [3,7]

Por lo que se puede ver en la tabla 4, en general los aleantes mejoran las propiedades químicas y mecánicas. El caso del silicio, que empeora el alargamiento sería la excepción.

Aplicaciones:

-Las aplicaciones más generales de los inoxidables sinterizados están en componentes para automóviles, en piezas que trabajen en ambientes poco agresivos y en discos ABS (amagnéticos y austeníticos), soportes de ordenadores y filtros. En concreto, el 304 se utiliza en piezas de dispositivos mecánicos (engranajes, vigas, levas, piñones, poleas, etc.) [3,5]

-Sinterización de los inoxidables:

La sinterización del acero inoxidable es generalmente complicada.

Las atmósferas típicas son H_2 , base N_2 y en vacío [3,7], no obstante, en la atmósfera de nitrógeno hay limitaciones; la presencia de N_2 a $1000^\circ C$ en la atmósfera de sinterización, provoca un eutectoide con el hierro y la formación de bornita ($FeCr_2N$) que emplea el cromo e impide que éste forme parte de la capa pasivadora protectora contra corrosión.

Por otro lado, si el enfriamiento es demasiado lento, se da tiempo para que se formen carburos de cromo en borde de grano y borde de macla, haciendo también que pierda comportamiento a corrosión. La presencia de intermetálicos de vanadio puede evitar la formación de bornita y facilitar la sinterización.

Una atmósfera de vacío implica hornos no continuos y un proceso más dificultoso. Además, la presencia del níquel, cuya difusión ya se mencionó que era lenta, implica que se necesiten tiempos más altos de sinterización [3,7].

En las tablas 5 y 6 se muestran las propiedades en verde y sinterizado del polvo de acero inoxidable, tras compactar a una presión de 600MPa, y sinterizar durante 45 minutos, con una rampa de calentamiento y enfriamiento de $0,8^\circ C/s$ [20].

PROPIEDADES EN VERDE

Densidad (g/cm^3)	6,38
Resistencia a tracción MPa	10,6

Tabla 5. Propiedades en verde del inoxidable 304LHD

PROPIEDADES SINTERIZADO

Atmósfera de sinterización	H_2		Amoníaco disociado	
Temperatura de sinterización ($^\circ C$)	1150	1250	1150	1250
Densidad sinterizado (g/cm^3)	6,48	6,72	6,44	6,7
Dureza HV10	78	81	141	166
Límite elástico (MPa)	204	282	336	486
Resistencia a tracción (MPa)	157	163	301	361

Tabla 6. Propiedades del polvo de inoxidable 304 sinterizado. [20]

2.5.- Introducción a los materiales compuestos:

Según el nivel de estudio en que estemos trabajando, existen varias definiciones de materiales compuestos:

A. Miravete define los materiales compuestos como *"el formado por dos o más componentes, de forma que las propiedades del material final sean superiores a las de los componentes por separado"* [7]

Por otro lado, M. Schwartz lo define así: *"Un material compuesto es un sistema de materiales formado por una mezcla o combinación de dos o más macroconstituyentes diferentes en forma y/o composición y que esencialmente son insolubles entre sí."* [8]

Según algunos autores, como M. Schwartz, las probetas creadas en este estudio no tendrían calidad de material compuesto porque en la pieza sinterizada no se puede distinguir macroscópicamente una fase de la otra y por tanto existe a priori, cierta solubilidad; sin embargo nos acogemos a las teorías que especifican que se considera material compuesto a la mezcla de dos o más componentes, con tal de que sus propiedades mejoren las de los componentes por separado.

Los materiales compuestos están formados por una matriz y un refuerzo.

Los tipos de matriz son:

- De tipo polimérico (PMC's)
- De tipo cerámico (CMS's)
- De tipo metálico (MMC's)

La matriz tiene varias funciones, como son la de transmitir las tensiones entre los elementos del refuerzo, mantener el refuerzo en su lugar y proteger el refuerzo de las agresiones ambientales.

Tipos de refuerzo:

- Refuerzo continuo; fibras largas, laminados, etc.
- Refuerzo discontinuo; partículas, fibras cortas, whiskers.

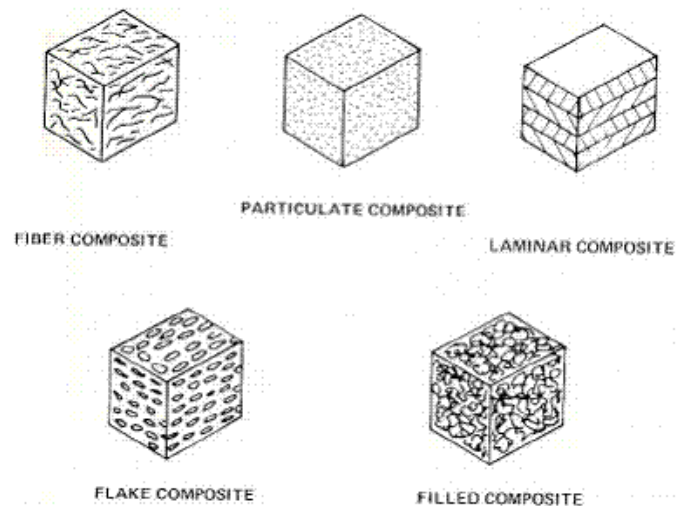


Fig.6. Aquí se muestran los tipos de refuerzo en un material compuesto [8].

Se puede ver, en la figura 6, un esquema de las posibles formas en las que podemos encontrar los refuerzos esquemáticamente representados.

Propiedades de los materiales compuestos [9]:

Las funciones del refuerzo son la de absorber las tensiones y la de incrementar la rigidez y la resistencia.

Las propiedades finales del material compuesto van a depender de la matriz y el refuerzo y de la proporción que haya entre refuerzo y matriz, de la forma en la que se encuentre y del proceso de fabricación.

Ventajas y desventajas generales de los materiales compuestos:

Ventajas:

- Resistencia mecánica
- Rigidez
- Resistencia al desgaste
- Resistencia a la corrosión
- Propiedades térmicas
- Fatiga
- Propiedades eléctricas
- Ligereza
- Aislamiento acústico

Desventajas:

- Pérdida de ductilidad

- Dificultad de fabricación
- Tecnologías complejas
- Fabricación costosa

2.5.1-Materiales compuestos de matriz metálica (MMC's) [16], [1,5], [18]

En los materiales compuestos de matriz metálica, la matriz es una aleación monolítica o un compuesto intermetálico y el refuerzo consiste en un elemento cerámico, metálico o carbono.

El refuerzo puede ser de tipo continuo o discontinuo y constituye aproximadamente entre un 10 y un 60% del volumen del material compuesto, y entre un 15 y un 60% en peso del material compuesto. En los comienzos de este tipo de materiales compuestos, el porcentaje en volumen del refuerzo era mínimo, sin embargo, a medida que avanzaban las investigaciones, el porcentaje ha ido incrementándose [9].

Para fabricarlos se han utilizado técnicas como la unión de partículas en estado sólido o la deposición física de la matriz.

La mayoría de los trabajos que se han realizado han desarrollado MMC's de matriz de aluminio y titanio o aleaciones de los mismos y los refuerzos típicos son de mezclas de fibras o partículas de sustancias como carburo de silicio carburo de boro y óxido de aluminio.

Hoy en día la mayoría de los MMC's contienen refuerzos en forma de partículas o fibras cortas.

Las propiedades de los materiales compuestos de matriz metálica se predicen con modelos matemáticos para los que es necesario el conocimiento de las propiedades y geometría de los constituyentes. Por lo general tienen tenacidad y resistencia incluso a altas temperaturas, no absorben la humedad, tienen propiedades ignífugas y son buenos conductores eléctricos y térmicos. Son ligeros y fácilmente soldables.

A pesar de estas buenas propiedades es importante, sin embargo, evaluar la reproductibilidad de la pieza a nivel industrial porque ésta no resulta fácil, así como los costes de producción.

Aún así, cabe destacar que para determinadas combinaciones de metales, la única vía posible de obtener piezas es conformar un MMC. Por ejemplo, en el caso del aluminio, el cobre y el magnesio, no es posible combinarlos con elevados volúmenes de carburo, óxido o nitruro por los métodos convencionales de aleación como la fusión o la colada.

Referencias:

[1] Página web de la Oficina Española de Patentes y Marcas; www.espatentes.com

[1,1] Caroline Lindberg, Per Engdhal (Höganäs AB). Publicación número ES2075961. Título: "Polvo a base de hierro, componente producido a partir del mismo y método para producir el componente."1993.

[1,2] Terence Michael Cadle, Martyn Stuart Lane "Un procedimiento de producción de artículos por pulvimetalurgia".1979.

[1,3] Alf Tryggmo, Johan Arvidsson (Höganäs AB). Publicación número ES2189186T3. Título: "Polvo de acero inoxidable".2003.

[1,4] Johan Arvidsson. Publicación número 2165620. Título: "Procedimiento para la preparación de un polvo a base de hierro".2002.

[1,5] Strand Kent, Sven-Ake Karlsson y Stefan Ekblad. Publicación número 2214917. Título: "Mecanización de material compuesto de matriz metálica por mecanización a alta velocidad".2004.

[2] ScienceDirect. D. Uzunsoy. "The characterisation of PM 304 stainless steel sintered in the presence of a copper based additive".2007.

[3] Apuntes de la asignatura "Tecnología de Polvos". Mónica Campos y José Manuel Torralba. OpenCourseWare 2008 ocw.uc3m.es,

[3,1] Tema 1. Introducción.

[3,2] Tema 3. Principales rutas de conformado en Tecnología de Polvos.

[3,3] Tema 5. Sinterización.

[3,4] Tema 6. Operaciones de acabado.

[3,5] Tema 8. Procesado de aleaciones mecánicas.

[3,6] Apuntes de la asignatura "Material Science and Engineering". Sophia A. Tsipas, Elena Gordo, A. Jiménez Morales. Opencourseware.2010.

[3,7] Apuntes del curso de Tecnología de Polvos 2004. Mónica Campos y José Manuel Torralba.

[4] PoP Application center of Höganäs, Handbook No. 1 "Materials and Powder Properties" .2007.

[4,1] Chapter 1. Metallography, P 94. External particle shape (SEM) of water atomized iron powder ASC 100.29

[4,2] Chapter 1. Metallography, P 95.

[4,3] Chapter 1. Metallography. P 99.

- [4,4] Chapter 1. Metallography, P 40.
- [5] *Revista de Metalurgia*. F.A. Corpas, J.M. Ruiz Román, S. Codina, F.J. Iglesias. "Efecto del nitrógeno en la atmósfera de sinterización del acero inoxidable ferrítico AISI 430L P/M".2004.
- [6] Hogänäs AB. PM School, Handbook No. 2 "Compacting of Metal Powders"
- [6,1] Chapter 4. Compacting of Metal Powders. P 123.
- [6,2] Chapter 4. Compacting of Metal Powders P 4.
- [6,3] Chapter 6. Sintering. P 67-68-89.
- [6,4] Chapter 6. Sintering. P 67.
- [6,5] Chapter 6. Sintering. P 68.
- [6,6] Chapter 6. Sintering. P 90.
- [6,7] Chapter 6. Sintering. P 76.
- [6,8] Chapter 6. Sintering. P 83.
- [6,9] Chapter 6. Sintering. P 82.
- [6,10] Chapter 6. Sintering. P 79.
- [7] A. Miravete. "Materiales Compuestos I".2000.
- [8] Mel Schwartz. "Composite Materials Handbook".1992.
- [9] D. Hull, T.W. Clyne. "An Introduction to Composite Materials".1996.
- [10] Cortesía del Prof. Randall M. German y Metal Powder Industries Generation MPIF, EEUU para el curso de tecnología de polvos, opencourseware.
- [11] Hogänäs AB. PM School, Handbook No. 3 "Designing for P/M-Processing"
- [11,1] Chapter 9. Sintered Iron-based Materials. P 42.
- [11,2] Chapter 3. Characteristics of Iron and Steel Powders. P 93.
- [15] Hogänäs AB. PM School, Handbook No. 5 "Höganäs Handbook for Machining Guidelines", P 29-31
- [16] Foltz JV, Blackmon CM, Metal-Matrix Composites, ASM International, Metals Handbook, Tenth Edition. Vol.2. Properties and Selection: "Nonferrous Alloys and Special Purpose Materials". P 903-912, 1990.
- [17] Höganäs AB. www.hoganas.com. Overview of Powergrades. Atomized Iron Powders. P 12.

[18] D.B. Miracle. "Metal Matrix Composites – From Science to Technological Significance". Composites science and technology. 2005. P 2526-2540.

[19] Höganäs AB. www.hoganas.com. ASC100.29 Typical Values. P 1-3

[20] Höganäs AB. www.hoganas.com. "Stainless steel powders for sintered components". P 1

CAPÍTULO 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1.-Materiales utilizados: A continuación se muestra una descripción breve de los materiales utilizados en el proyecto, con las características más básicas. Los polvos, la materia prima inicial para la fabricación de componentes sinterizados, son una mezcla de polvo base hierro.

3.1.1.-Hierro atomizado ASC100.29 [1]:

Hierro atomizado en agua, procedente de Höganäs AB.

Tamaño de partícula: 20-180µm

Densidad aparente: 2,98 g/cm³

Contenido en carbono: 0,003%

3.1.2.-Polvo de acero inoxidable 304LHD [2]:

Procedencia: Höganäs AB.

Tamaño de partícula: 20-120µm

Densidad aparente: 2,69g/cm³

La composición en peso se muestra a continuación en la tabla 7.

C	0,02%
Ni	11,6%
Cr	19%
Si	0,9%
O	0,35%
N	0,04%

Tabla 7. Composición en peso del polvo de acero inoxidable 304LHD [2]

3.1.3.-Malla de acero inoxidable AISI304L (Referencia M200) [3], [4]:

Procedencia: Dinxperlo Wire Weaving co. The Netherlands.

Diámetro del hilo, 0,041mm

Apertura de la malla: 0,089mm

La composición teórica de la malla, en peso, se encuentra en la tabla 8.

Cr	18-20%
Ni	8-12%
C	<0,03%
Si	<1%
Mn	<2%

Tabla 8. Composición en peso teórica para un polvo de acero inoxidable AISI304 [4]

A continuación se muestran dos imágenes obtenidas con microscopía electrónica de barrido, en las figuras 7 y 8, en las que se ve la malla a 500 y 80 aumentos respectivamente:

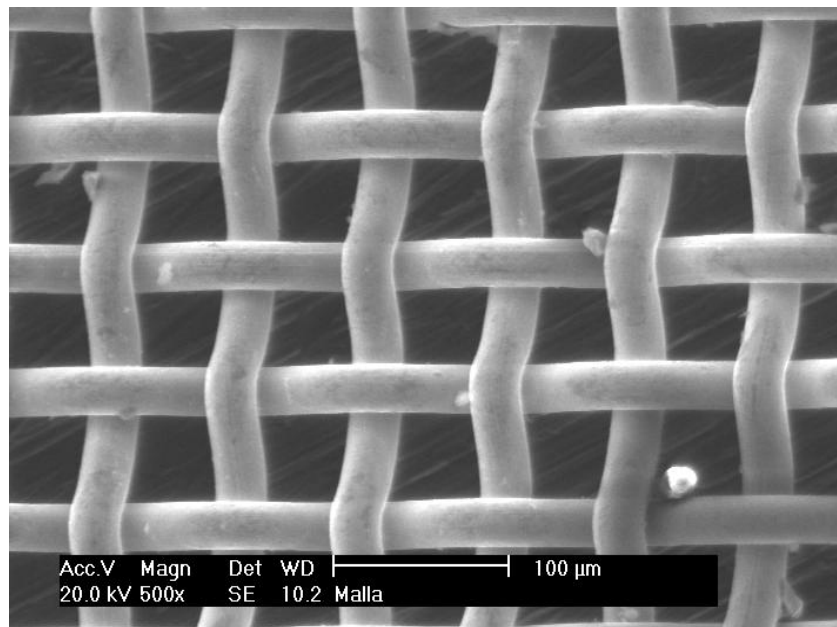


Fig.7. Malla observada a 500 aumentos a través de SEM, compuesta por alambres de inoxidable AISI304L.

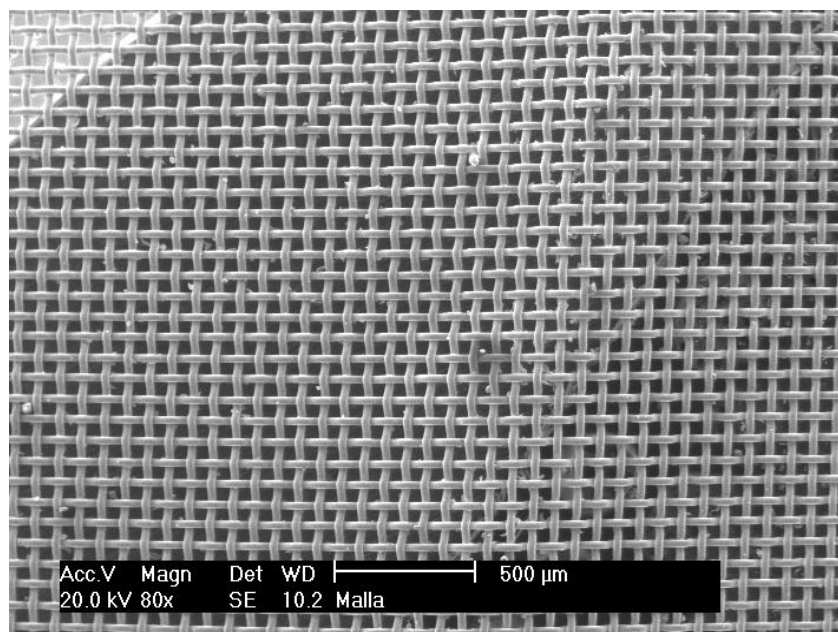


Fig.8. Malla observada a 80 aumentos a través de SEM, compuesta por alambres de acero inoxidable AISI304L.

Composición obtenida de la malla M200:

Se ha utilizado, para hallar la composición, la tecnología de espectroscopía de Rayos X de energías dispersivas (EDAX) que permite hallar el porcentaje de metales. Se han obtenido los porcentajes en peso que muestra la tabla 9.

Cromo	Hierro	Níquel
17,17%	72,11%	10,72%

Tabla 9. Composición en peso de la malla, obtenida mediante EDAX.

Vemos que los porcentajes de cromo y níquel obtenidos y representados en la tabla 9 son coherentes con el tipo de material del que está hecha la malla, y la composición teórica, mostrada en la tabla 8.

3.1.4.-Grafito Kropfmühl UF-4 [5]:

Procedencia: Graphit Kropfmühl AG. Alemania.

Contenido en carbono:96-97%

3.2.-Métodos utilizados en el procedimiento experimental:

3.2.1-Mezcla:

Para el polvo mezcla de hierro ASC.100.29+0.6%C, se mezcló el porcentaje en peso correspondiente de grafito y de hierro atomizado ASC100.29. La mezcla se homogeneizó en la túbula durante 30 minutos.

3.2.2.-Compactación:

La compactación que se hizo fue uniaxial con matriz flotante.¹

Antes de colocar el polvo en la matriz, se aplicó una pequeña cantidad de lubricante en polvo, estearato de zinc.

Se compactó a dos presiones, 500 y 700MPa.

3.2.3.-Sinterización:

Sinterizado de las probetas de hierro atomizado ASC100.29:

Se realizó en un horno Carbolite, a una temperatura de 1150°C durante 30 minutos, en atmósfera de N₂, 10%H₂ y 0,1% CH₄. La rampa de calentamiento es de 5°C/min y la de enfriamiento, exactamente igual. Antes de sinterizar, se purgó el horno con N₂ durante 40 minutos.

Sinterizado de las probetas de inoxidable:

Se sinterizaron en el horno tubular de alto vacío, a 1250°C durante 60 minutos. La rampa de calentamiento fue de 5°C/min al igual que la de enfriamiento.

3.2.4.-Evaluación de propiedades:

3.2.4.1.-Medida de la densidad:

Medida de la densidad mediante el método de Arquímedes:

Para poder medirla mediante el método de Arquímedes será necesario sellar los poros de la superficie exterior de la pieza para que el líquido no penetre y el volumen desalojado por la pieza incluya el volumen de los poros.

En primer lugar se mide el peso de las piezas sin sellar y después de selladas. Después de sellar con laca los poros, se pesa en la balanza adaptada con los dispositivos para la medida con Arquímedes.

¹ Se han compactado probetas sin malla, como referencia. Para compactar se han pesado 16 gramos de polvo para cada tipo de polvo. Para las probetas que tenían malla, después de colocar 8 gramos en la matriz, se ha colocado la malla en la sección media y se ha cubierto con otros 8 gramos de polvo.

Las dimensiones de la malla son, para todas las probetas que la tienen, 45x3,5mm².

La ecuación aplicada para obtener la densidad de las piezas es la siguiente:

$$\rho_{Pieza} = \frac{m_{sin\ lacar}}{\frac{m_{sellada} - m_{sumergida}}{\rho_{agua}} - \frac{m_{sellada} - m_{sin\ lacar}}{\rho_{laca}}}$$

Donde:

$$\rho_{laca} = 1.2 \frac{g}{cm^3}$$

$$\rho_{agua} (T=21^\circ C) = 0.997994 \frac{g}{cm^3} \quad [6]$$

La temperatura del agua era de 21°C en el momento del pesado.

3.2.4.2.-Medida de la dureza

Se utilizó la escala Vickers HV10 con el durómetro porque esta medida era la de referencia proporcionada por Höganäs. Las medidas se han tomado tanto en la sección perpendicular a la malla como en la paralela a la misma. Antes de medir la dureza se han eliminado las rebabas y posibles óxidos que hubiera en la superficie para obtener valores más precisos.

3.2.4.3.-Ensayo de tracción

Se realizó el ensayo de tracción normalizado ISO 527 para todas las probetas.

3.2.4.4.-Análisis de la sección de rotura

Se ha analizado en determinadas probetas, la sección de rotura.

3.3.-Estudio metalográfico

Preparación de las probetas para su análisis en microscopio electrónico: cortado, embutido, desbastado, pulido y ataque.

El embutido se hizo con resina para embutición en frío "Mécaprex KM-U", mezclando dos partes del componente sólido con una parte del componente líquido y vertiendo en los moldes donde se colocaron los trozos obtenidos tras el corte, separados por tipo de material, por necesitar el hierro y el acero inoxidable ataques diferentes.

Una vez que la resina curó (30 minutos aproximadamente), se realizó el desbastado con lijas de 320, 400, 600 y 1000, cambiando de dirección como mínimo 3 y como máximo 4 veces.

Después del desbastado se hizo un pulido con alúmina y 1µm. Después con alúmina de 3.5µm se ha realizado la misma operación.

Ataque: Los inoxidables se atacaron con agua regia (una parte de ácido nítrico y tres de clorhídrico) mientras que las probetas de base hierro y carbono se atacan con nital (mezcla de alcohol y ácido nítrico).

Tras el ataque se preparó el último paso para ver las probetas en el microscopio electrónico de barrido (SEM).

Las probetas se impregnan de un material conductor que comunica la base de la misma con los trozos de metal, creando un camino conductor, porque la resina utilizada no era conductora.

Referencias:

- [1] PoP Application center of Höganäs, Handbook No. 1 "Materials and Powder Properties" .2007. Chapter 1. Metallography. P 96
- [2] Höganäs AB. www.hoganas.com. "Stainless steel powders for sintered components". P 1
- [3] Cortesía de Irene Fernández Villegas. Universidad de Delft. Holanda.
- [4] Apuntes de la asignatura "Material Science and Engineering". Sophia A. Tsipas, Elena Gordo, A. Jiménez Morales. Opencourseware.2010. Topic 5, P10.
- [5] www.höganäs.com sección de artículos pulicados: "sinter-hardening and heat treatment of materials based on astaloy crm".2003.
- [6] www.ld-didactic.de. Determinación de la densidad de líquidos con el picnómetro de Gay-Lussac. Consulta en 2010. P 2.

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

Antes de proceder al análisis de propiedades de los materiales, se muestra esta tabla indicativa, para poder relacionar los valores mostrados en las gráficas, con el material al que corresponden.

	MATERIAL	Malla	P compactación (Mpa)
P1	Inoxidable austenítico 304	X	500
P2	Inoxidable austenítico 304	X	500
P3	Inoxidable austenítico 304	X	500
P4	Inoxidable austenítico 304	X	500
P5	Inoxidable austenítico 304	X	500
P1'-5'	Valor promedio de las probetas 1 a 5		
P6	Inoxidable austenítico 304		500
P7	Inoxidable austenítico 304		500
P6'	Valor promedio de las probetas 6 y 7		
P8	Inoxidable austenítico 304	X	700
P9	ASC100,29 + 0,6%C	X	500
P10	ASC100,29 + 0,6%C	X	500
P11	ASC100,29 + 0,6%C	X	500
P11'	Valor promedio de las probetas 9 a 11		
P12	ASC100,29	X	500
P13	ASC100,29	X	500
P14	ASC100,29	X	500
P12'	Valor promedio de las probetas 12 a 14		
R1	Inoxidable austenítico 304		600
R2	ASC100,29 + 0,5 %C		400
R3	ASC100,29 + 0,5 %C		600
R4	ASC100,29 + 0,8 %C		400
R5	ASC100,29 + 0,8 %C		600
R6	ASC100,29		400
R7	ASC100,29		600

Tabla 10. Listado con los tipos de materiales ensayados y las referencias bibliográficas

En la tabla 10, las probetas que comienzan con P son las ensayadas en el proyecto, excepto aquellas en las que se indica que sus valores son un promedio. Las referencias bibliográficas comienzan por R. Al final del

capítulo, en el apartado de anexos, encontraremos los valores de las propiedades mecánicas y la densidad de las referencias bibliográficas, y la procedencia de dicha información.

4.1.-Análisis de la etapa de compactación:

En la etapa de compactación se intentó compactar con el refuerzo tipo malla, polvo de acero inoxidable 410 LHC. No fue posible que se formase un compacto con estos dos materiales. La razón más probable es que la diferencia de recuperación elástica de la malla y el polvo fueran muy distintas.

Para el hierro atomizado con y sin aporte de carbono y el inoxidable austenítico, no ha habido problemas para que se formara una pieza compacta y sinterizable.

Se puede concluir que la malla no es apta para ser compactada con cualquier tipo de polvo.

4.2.-Análisis de la densidad de los materiales sinterizados:

Tras medirse la densidad por el método de Arquímedes, es necesario comprobar si el refuerzo ha causado alguna variación en la misma.

A continuación, en las figuras 9, 10 y 11 se muestran los valores de densidad obtenidos en promedio, representados junto con los valores de referencia bibliográfica.

En esta figura número 9, se representa la densidad promedio obtenida para las probetas de hierro atomizado con malla junto a la densidad de las referencias bibliográficas R6 y R7.

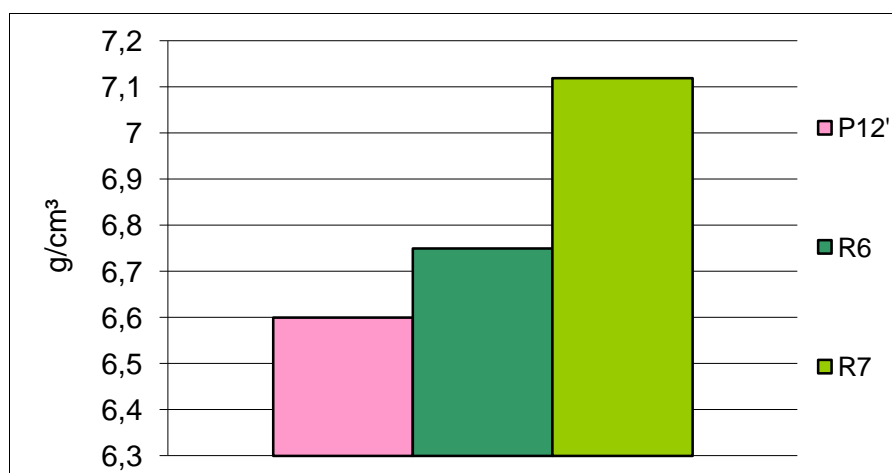


Fig.9. Representación de la densidad del hierro atomizado ASC100.29 comparando el valor medio obtenido y las dos referencias bibliográficas.

En la figura anterior se observa que la densidad obtenida con la malla es algo inferior a la esperada, pero no parece ser significativo. Se puede concluir que para el material ASC100.29, la malla no parece variar demasiado la densidad.

A continuación se muestra la figura 10, donde se representa la comparación entre la densidad promedio de las probetas ensayadas de matriz ASC100.29+0,6%C y la densidad de las referencias bibliográficas R2 hasta R5.

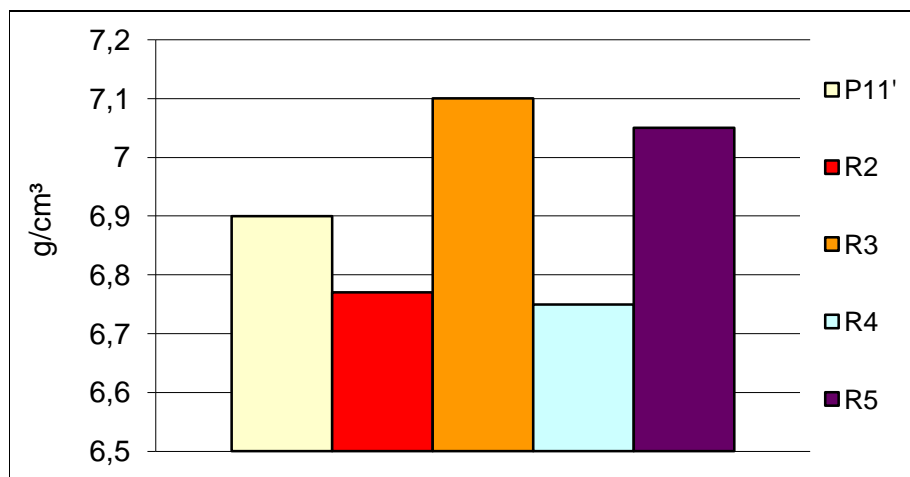


Fig.10. Representación de la densidad del hierro atomizado ASC100.29 con aporte de carbono y refuerzo de malla inoxidable, comparando el valor obtenido y las cuatro referencias, sin malla.

De la figura 10 se puede deducir que la densidad realmente está afectada por la presión de compactación, puesto que R2 y R4 están compactadas a 400MPa y R3 y R5 a 600MPa. Las probetas con las que se ha hecho la densidad promedio (valor para P11') se compactaron a 500MPa. Por tanto es posible afirmar que la presencia del refuerzo no modifica la densidad sensiblemente.

A continuación, en la figura 11, se comparan las densidades en este caso para el material compuesto de matriz inoxidable.

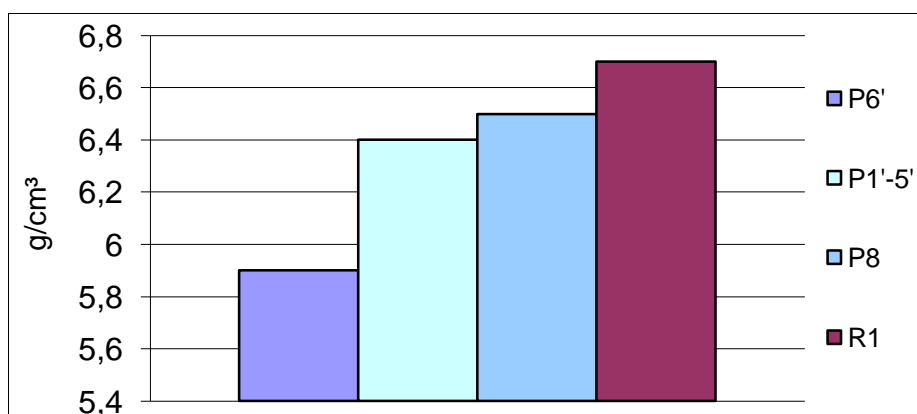


Fig.11. Representación de la densidad de las probetas de matriz acero inoxidable 304LHD, con refuerzo, comparando con probetas sin malla y referencias bibliográficas.

En esta figura observamos que la densidad promedio de las probetas sin malla es aproximadamente $0,5\text{g/cm}^3$ menor que las que están reforzadas. Es coherente que sean menores estas densidades que las de P8 y que R1, porque estas últimas tienen presiones de compactación 200 y 100MPa superiores, respectivamente.

Por tanto se puede concluir que la presencia de la malla en la matriz de acero inoxidable ha incrementado ligeramente la densidad, pero el factor fundamental sigue siendo la presión de compactación.

-Influencia del refuerzo en la densidad de las piezas sinterizadas:

La densidad disminuye pero no significativamente cuando la matriz es hierro atomizado. En los casos de matriz de hierro más carbono, la densidad no se ve apenas afectada y en el caso de matriz de acero inoxidable la densidad es mayor ligeramente, aunque sigue siendo más efectiva la aplicación de mayores presiones de cara a aumentar la densidad.

4.3.-Análisis de la dureza:

A continuación se muestran los valores de dureza Vickers 10 obtenidos y los valores de referencia bibliográfica y experimental, para cada uno de los materiales.

En la figura 12 está representada la dureza promedio para los materiales de matriz hierro atomizado con refuerzo, junto a las referencias R6 y R7.

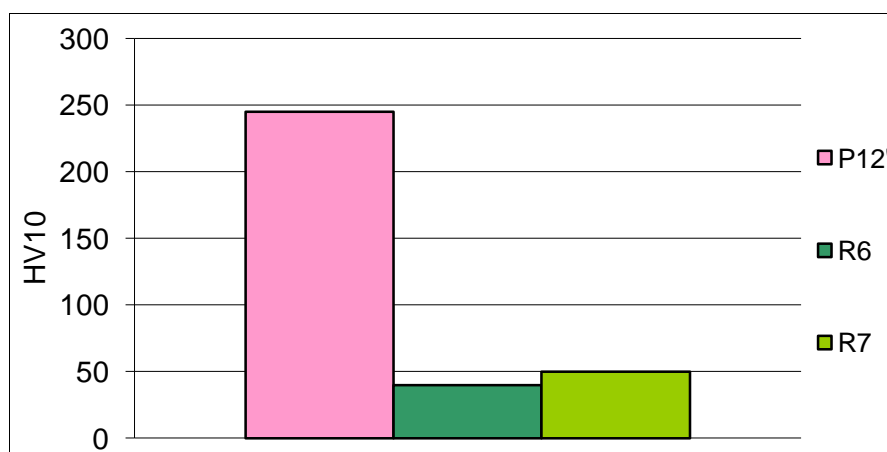


Fig. 12. Análisis de la dureza Vickers 10 del material con matriz hierro ASC100.29 sinterizado comparado con dos valores de referencia bibliográfica.

Aquí se puede observar un incremento de la dureza interesante, que se comentará más adelante.

En la figura 13 se observa el valor promedio de la dureza de los materiales con matriz hierro atomizado con aporte de carbono, junto a las referencias bibliográficas.

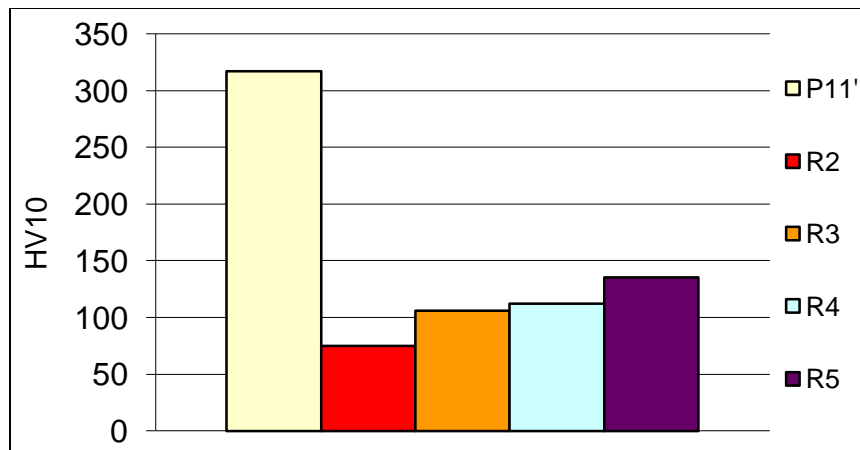


Fig.13. Análisis de la dureza Vickers 10 de los materiales con matriz hierro ASC100.29 con un 0,6% en peso de carbono, sinterizado, comparado con valores de referencia bibliográfica.

En la figura 13 se vuelve a observar un incremento de la dureza importante respecto a los materiales de referencia bibliográfica. Es recomendable ver los resultados para los materiales con matriz inoxidable y sin refuerzo, presentes en la figura 14, para determinar la influencia de la malla.

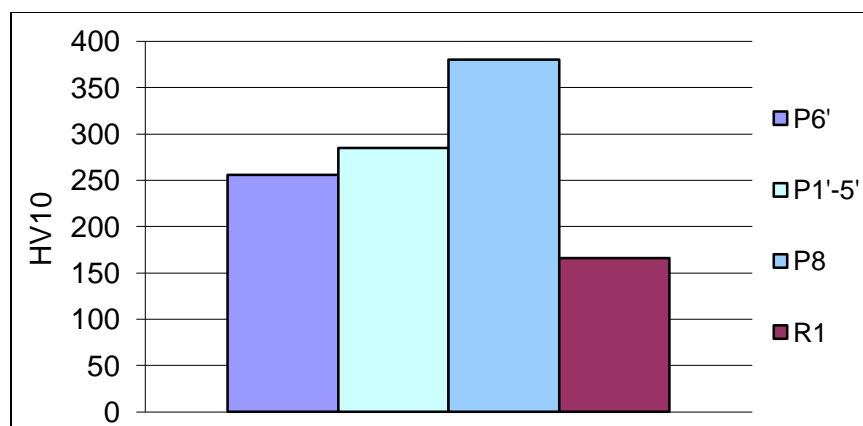


Fig. 14. Análisis de la dureza Vickers 10 del inoxidable 304LHD sinterizado, comparado con valores de referencia bibliográfica y con probetas sin refuerzo.

-Aumento de la dureza:

Se puede comprobar que los resultados obtenidos para la dureza son más altos que los de referencia, incluyendo los casos en los que no había refuerzo. Se podría deducir que la dureza aumenta, pero no en la medida en la que lo hemos observado.

4.4.-Análisis de las propiedades de tracción:

4.4.1.-Resistencia a tracción: Las siguientes gráficas representan la resistencia a tracción de cada material y de las referencias bibliográficas.

En la figura 15 se representa la resistencia a tracción promedio de los materiales reforzados de matriz hierro atomizado, junto a los de referencia bibliográfica.

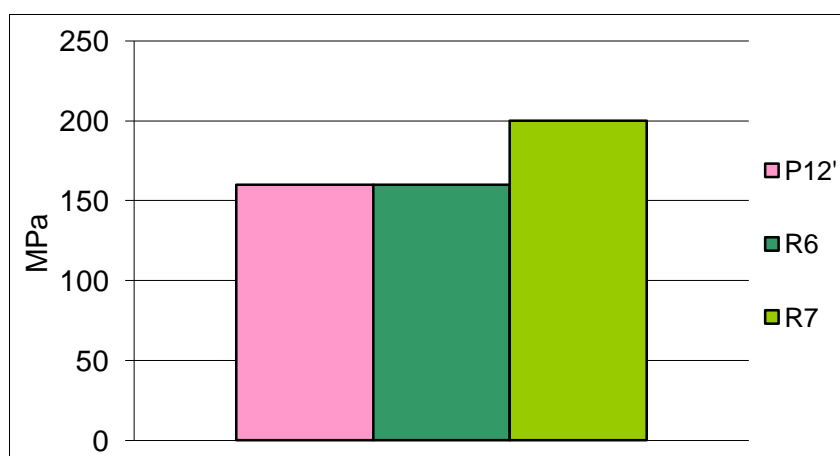


Fig. 15. Resistencia a tracción del hierro atomizado ASC100.29, comparada con dos referencias bibliográficas.

De la figura 15 no se puede determinar que el efecto del refuerzo sea demasiado significativo para la resistencia a tracción, por lo menos en el caso de matriz de hierro atomizado.

En la siguiente figura, nº 16, se muestra la resistencia a tracción promedio de las probetas de hierro atomizado con aporte de carbono, reforzadas, y la de las referencias.

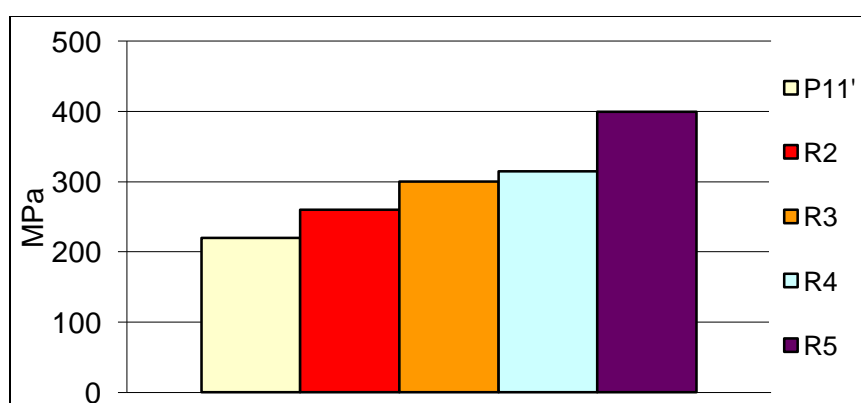


Fig. 16. Resistencia a tracción del hierro atomizado ASC100.29 con un 0,6% en peso de carbono, sinterizado, comparada con referencias bibliográficas.

En la figura anterior se comprueba que la resistencia a tracción ha disminuido por efecto de la malla, aunque habrá que esperar al análisis de los otros materiales.

A continuación, en la figura 17, el análisis de resistencia a tracción para matriz de inoxidable y referencias.

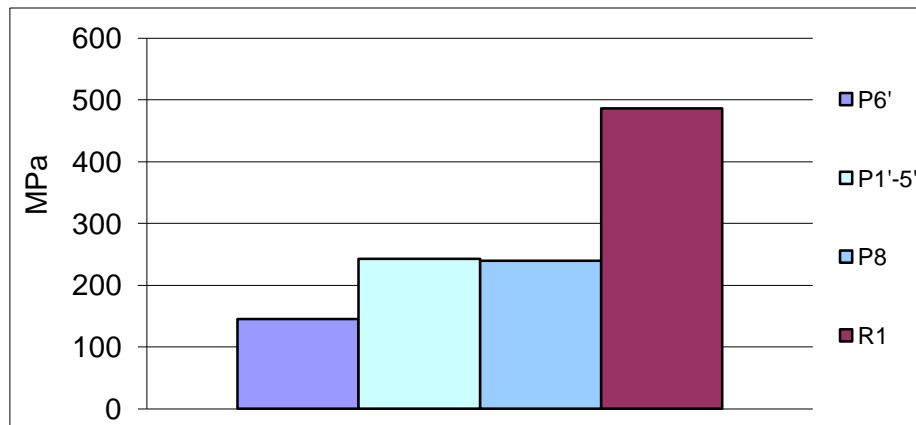


Fig. 17. Resistencia a tracción del acero inoxidable 304LHD sinterizado, comparada con referencias bibliográficas y probetas sin refuerzo.

En la figura 17 se puede observar también una disminución de la resistencia a tracción.

-Disminución de la resistencia a tracción:

El material compuesto formado por hierro atomizado y el refuerzo de la malla presenta una resistencia a tracción similar al del material de referencia, que es el mismo polvo, compactado a 400MPa (100MPa menos).

En el caso de matriz de hierro atomizado con un porcentaje de carbono, la resistencia disminuye claramente, al igual que sucede con el acero inoxidable. Se esperará al análisis metalográfico para determinar las posibles razones.

4.4.2.-Límite elástico: Exponemos las gráficas de los valores de límite elástico obtenidos además de los valores de referencia.

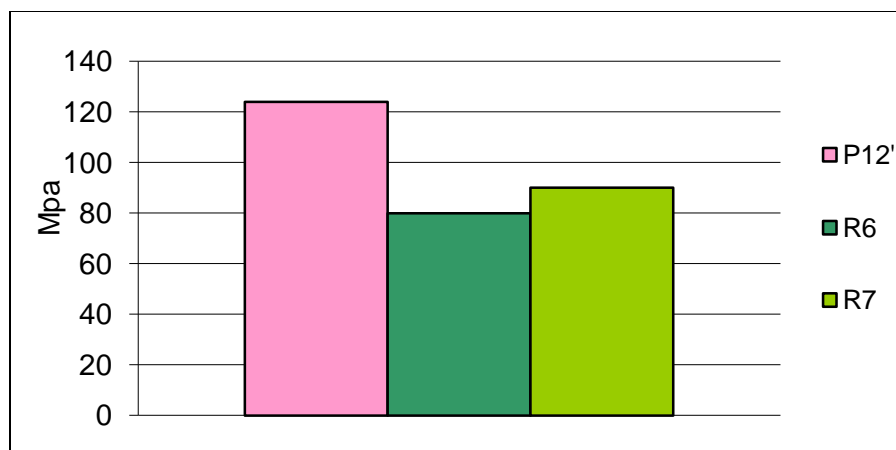


Fig. 18. Límite elástico del hierro ASC100.29 sinterizado, comparado con referencias bibliográficas.

En la figura 18 se puede observar un incremento en el límite elástico para el hierro atomizado como matriz.

A continuación, en la siguiente figura (fig. 19), se vuelve a comparar el valor promedio del material con matriz hierro atomizado y aporte de carbono, con las referencias bibliográficas.

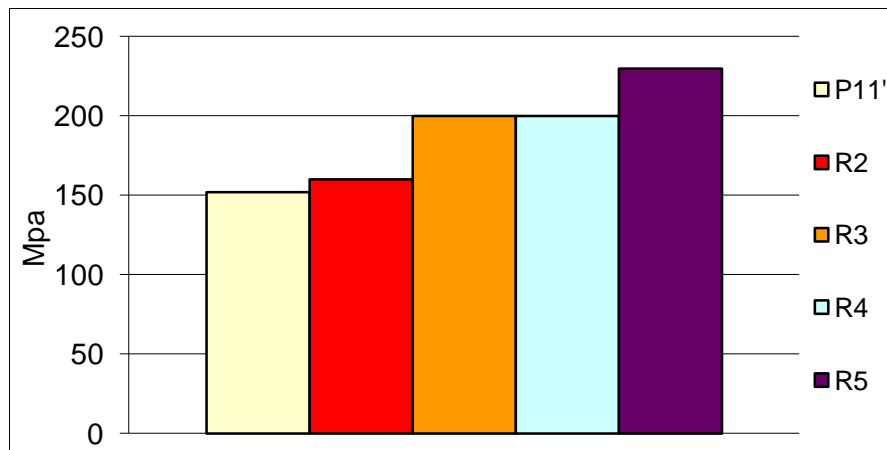


Fig. 19. Límite elástico del hierro ASC100.29 con un 0,6% de carbono, sinterizado, comparado con referencias bibliográficas.

Aquí se puede observar que el límite elástico disminuye. Se analizará a continuación (fig. 20) el efecto sobre la matriz de inoxidable, para poder llegar a una conclusión.

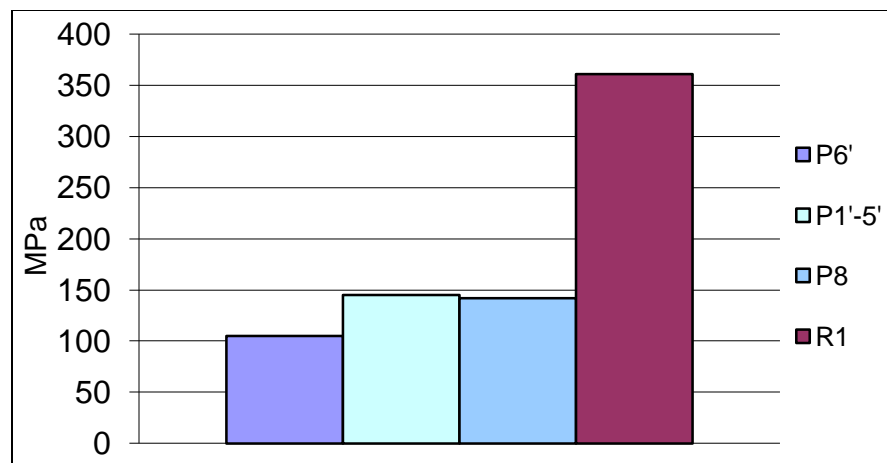


Fig. 20. Límite elástico del acero inoxidable 304LHD, sinterizado, comparado con referencias bibliográficas y probetas sin refuerzo.

-Variación del límite elástico:

El límite elástico del material compuesto con base hierro atomizado aumenta, sin embargo, la adición de carbono a ese hierro atomizado hace que disminuya en el material compuesto. Para el acero inoxidable, esta propiedad también se ve perjudicada. Las causas se podrían determinar del estudio metalográfico.

4.4.3.-Estudio de la máxima deformación a rotura:

A continuación, en la figura 21, se muestra la gráfica que compara la deformación máxima a rotura sufrida por todas las probetas ensayadas.¹

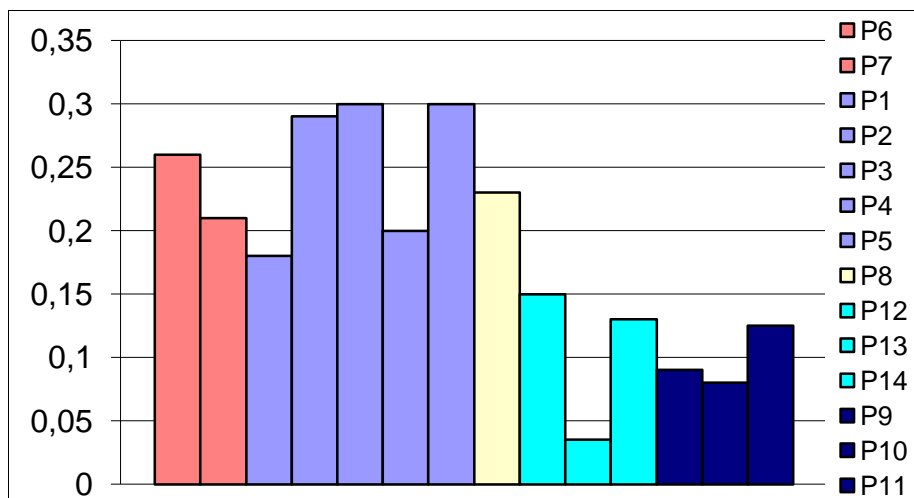


Fig. 21. Comparación de la deformación máxima (%) a rotura entre las probetas sinterizadas con y sin refuerzo.

-Máxima deformación a rotura:

La máxima deformación a rotura sufrida en el material reforzado es similar a la obtenida para el material sin refuerzo. Se puede concluir que el refuerzo no interfiere en la deformación de las probetas del acero inoxidable.

4.5.-Análisis de la metalografía:

A continuación, el análisis de las muestras realizado mediante el microscopio electrónico de barrido o SEM.

En la primera imagen, figura 22, se distingue claramente la malla. Se intuye que el refuerzo tipo malla no se disuelve en la matriz tras la sinterización, por lo menos para el caso del material con matriz de hierro atomizado.

En la figura 23 se puede observar que, alrededor de los alambres, se distingue una fase. De esta fase se analizará su composición, no obstante, será interesante analizar primero la composición de la malla con la misma técnica.

¹La deformación siempre está medida en tanto por ciento.

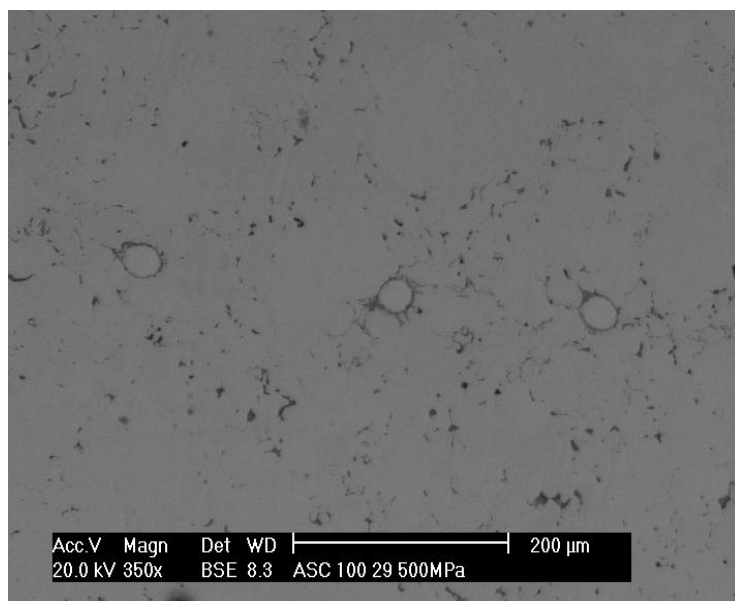


Fig. 22. Corte transversal a 350 aumentos, al material compuesto de matriz de hierro atomizado ASC100.29 con refuerzo.

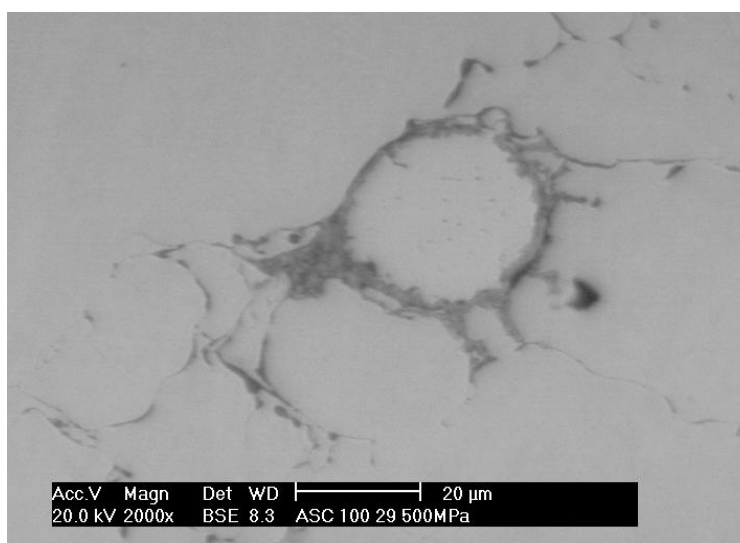


Fig. 23. Aquí se muestra a 2000 aumentos uno de los alambres perteneciente a la misma matriz de hierro atomizado ASC100.29.

Se ha estudiado la composición en peso del refuerzo (malla) con esta matriz de hierro atomizado mediante EDAX y éste es el resultado:

Cr	Ni	Fe
10,76%	10,35%	78,89%

Tabla 11. Composición en peso obtenida de la malla obtenida mediante EDAX.

La composición que se ve en la tabla 11, frente a la que se muestra en la tabla 9 del capítulo 3 indica que hay pérdidas de cromo. En la malla sin sinterizar se halló un porcentaje de cromo de cerca del 17%, mientras que aquí se observa cerca de un 11%. Parte del cromo ha difundido desde la malla a la matriz.

Se analiza ahora la composición de la fase que aparece alrededor de los alambres que componen la malla. Muy probablemente se trate de óxidos. El análisis EDAX de esa zona se muestra a continuación en la tabla 12.

O	Cr	Mn	Fe
18,83%	41,77%	9,62%	29,77%

Tabla 12. Análisis semicuantitativo de la fase formada alrededor de la malla, obtenido mediante EDAX.

Se ve en la tabla 12 que hay óxido alrededor de la malla, y que en el óxido hay presencia de manganeso, se desconocen las causas pero se puede deber a una contaminación de los polvos, puesto que se trata de una impureza y no un aleante.

A continuación, en la figura 24, se muestra una imagen de corte transversal de una probeta cuya matriz es hierro atomizado con aporte de carbono:

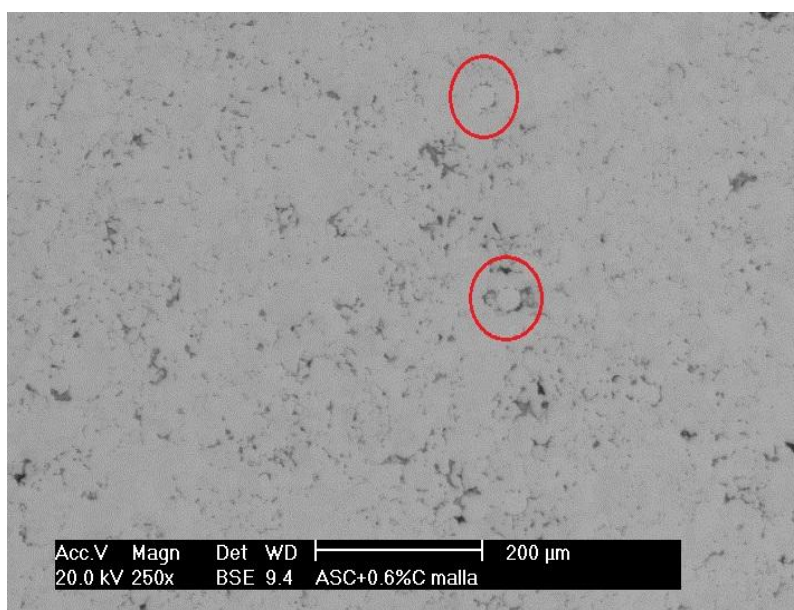


Fig. 24. Imagen a 250 aumentos del corte transversal del material con matriz de ASC100.29 más 0,6%C.

En la figura 24, se vuelve a distinguir la malla, pues se distinguen los círculos atravesando verticalmente la fotografía. Se vuelve a comprobar que la malla no se ha disuelto en la sinterización.

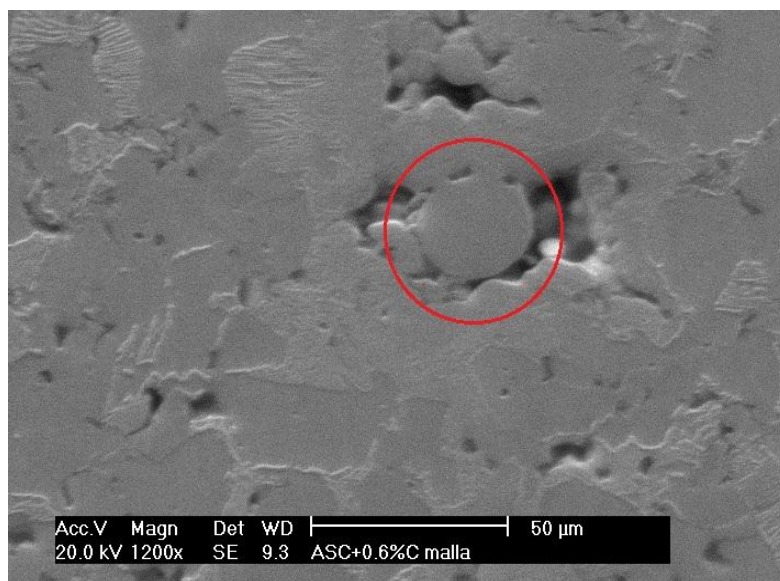


Fig. 25. Aquí se observa uno de los alambres de la malla del material ASC100.29+0,6%C, aumentado a 1200.

En la figura 25 y 26, se observan en la matriz, además, las colonias típicas de la perlita.

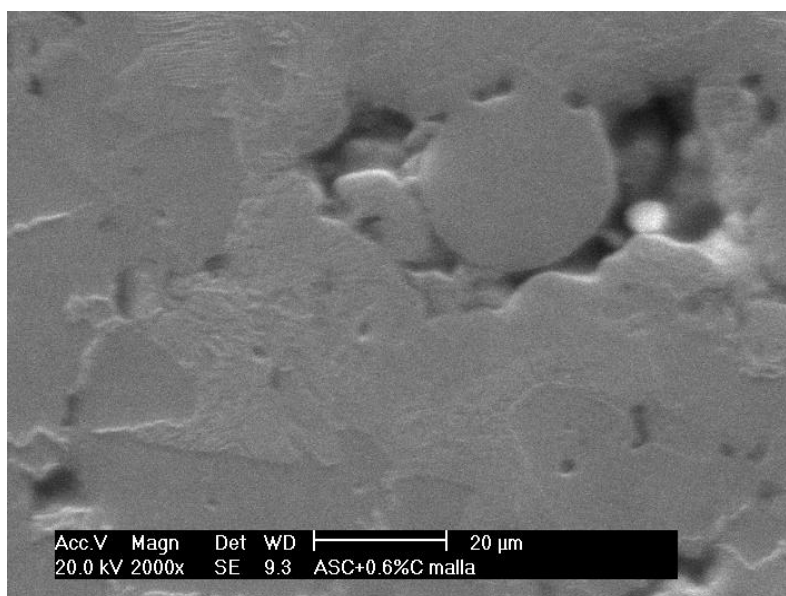


Fig. 26. Uno de los alambres de la malla del material ASC100.29+0,6%C, observado a 2000 aumentos.

En esta ocasión, se vuelve a analizar la composición de la malla, mostrada en la tabla 13.

Cr	Fe	Ni
14,58%	76,94%	8,48%

Tabla 13. Análisis semicuantitativo de la malla, obtenido mediante EDAX.

Viendo la composición de la malla en la tabla 13, no se detectan pérdidas tan altas de cromo, es decir, no ha difundido tanto cromo desde el refuerzo hacia la matriz como en el caso en el que la matriz era hierro atomizado sin aporte de carbono, pero las pérdidas no son despreciables.

A continuación se muestra una imagen a 200 aumentos del material de matriz hierro atomizado con aporte de carbono en la figura 27.

En ella se puede observar que la porosidad superficial es dispersa. En esta zona no se observa la presencia del refuerzo.

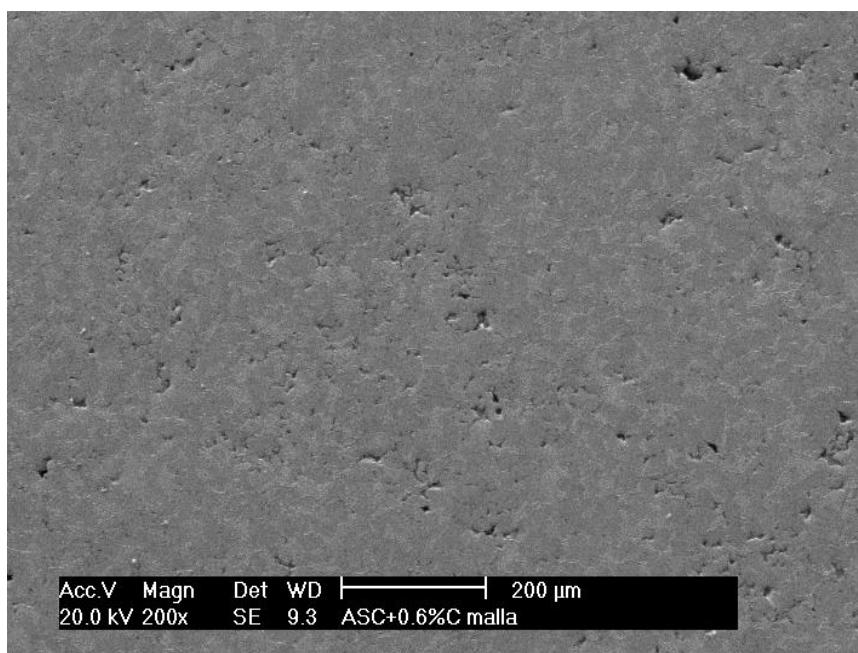


Fig. 27. Corte transversal del material ASC100.29+0,6%C a 200 aumentos.

A la vista de estas imágenes se podrían justificar los valores de resistencia a tracción y límite elástico obtenidos para el material de matriz hierro más carbono. La formación de óxidos alrededor de la malla podría ser la causa de que disminuya esta propiedad.

4.6.-Análisis de la fractura

En estas fotografías se muestran secciones de fractura, que presentan gran interés. Se observa en algunas roturas una delaminación de la probeta, siendo la malla probablemente el causante de la delaminación, puesto que las capas del material compuesto se han separado por la sección de la malla.

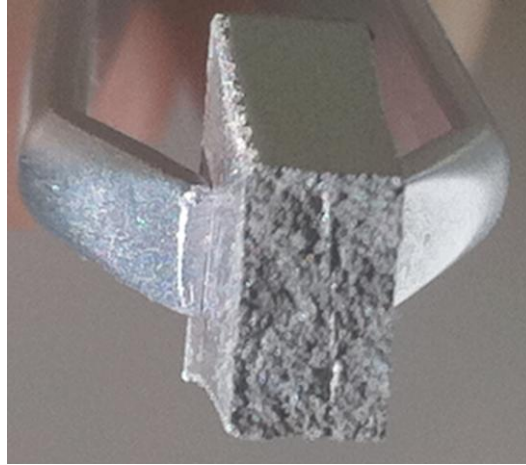


Fig. 28. Rotura de la Probeta 1, compuesta por inoxidable 304LHD compactado a 500MPa.

En la figura 28 se observa cómo el refuerzo no se ha disuelto totalmente en la matriz inoxidable después de la sinterización. Esto confirma que en ningún caso, para ninguna de las tres matrices, el refuerzo se ha disuelto, a la vista de los resultados obtenidos en el estudio mediante SEM para los materiales con matriz de hierro atomizado y matriz de hierro atomizado con aporte de carbono.

Viendo la delaminación en la figura 28, se puede justificar la disminución en la resistencia a tracción y el límite elástico del material compuesto de matriz acero inoxidable, observados anteriormente.

En las figuras siguientes (29 y 30) podemos observar las roturas correspondientes a una probeta cuya matriz es de hierro ASC100.29.

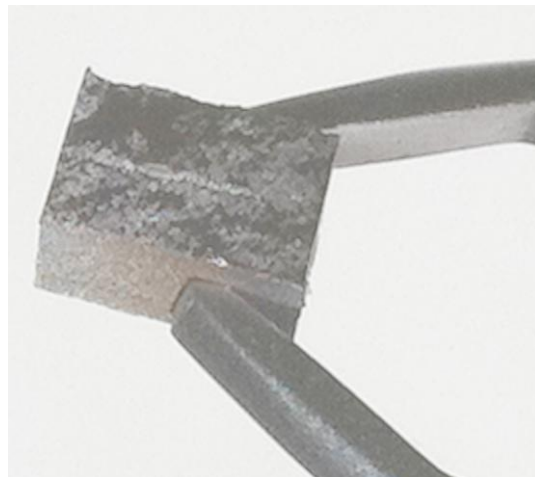


Fig. 29: Rotura de la Probeta 12, compuesta por hierro atomizado ASC100.29, compactado a 500MPa.

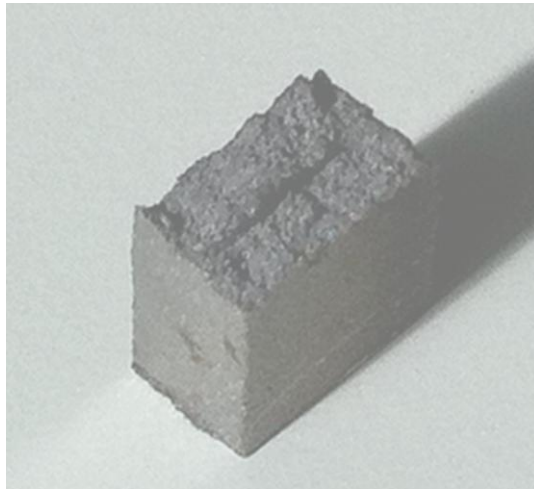


Fig. 30: Rotura de la Probeta 12, compuesta por hierro atomizado ASC100.29, compactado a 500MPa.

Se puede deducir que la rotura por delaminación no afecta únicamente a las probetas de matriz acero inoxidable. Puesto que en el apartado anterior se ha desvelado que se formó óxido alrededor de la malla en los materiales con matriz base hierro, podría llegarse a la conclusión de que los óxidos formados alrededor de la malla son los causantes de este tipo de fallo en las probetas.

En otra de las probetas también se ha producido una rotura por delaminación, que en este caso se ha extendido hasta el perfil de la pieza, como se puede ver en las figuras 31 y 32.

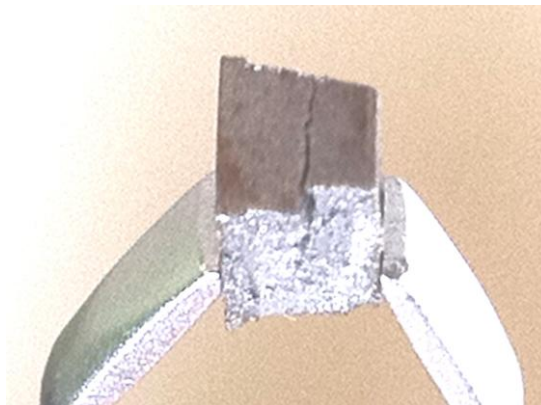


Fig. 31. Rotura de la Probeta 13, compuesta por hierro atomizado ASC100.29, compactado a 500MPa.



Fig. 32. Probeta 13 (ASC100.29, 500MPa)

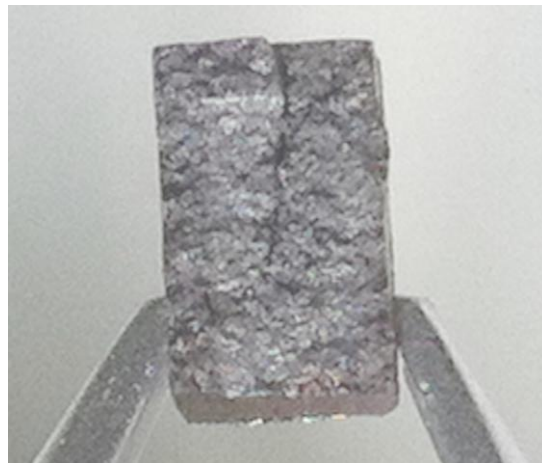


Fig. 33. Probeta 13 (ASC100.29, 500MPa)

En la figura 33 vemos incluso que ha habido un desplazamiento entre las dos secciones separadas por la malla.

Esto indica que la malla representa un punto débil por donde rompe la probeta, también en el caso de matriz base hierro.

Este hecho y las imágenes y composiciones mostradas en el apartado anterior, pueden reforzar la teoría de que la formación de óxidos alrededor de la malla producen rotura por delaminación en el caso del material con matriz base hierro atomizado y además, perjudica la resistencia a tracción y el límite elástico para los casos del material con matriz inoxidable y matriz hierro más carbono.

ANEXOS:

REFERENCIA	MATERIAL	TS (MPa)	YS (Mpa)	ρ (g/cm ³)	HV10
Referencia nº 1	Inoxidable austenítico 304	486	361	6,7	166
Referencias nº 2, 3, 4, 5	ASC100,29 + 0,5 / 0,8%C	260/300 / 315/400	160/200/200/230	6,74/ 6,72 / 7,1 / 7	75/106/112/135
Referencias nº 6, 7	ASC100,29	160 / 200	80 / 90	6,75 / 7,12	40 / 50

Tabla 14. Información sobre los materiales de referencias bibliográficas [19],[20]

Atmósferas de sinterización de las referencias bibliográficas [19], [20]:

R1:1250°C, amoniaco disociado, 45 minutos.

R2-5:1120°C, endogas, 30 minutos.

R6-7:1120°C, amoniaco disociado, 30 minutos.

Referencias:

[19] Höganäs AB. www.hoganas.com. ASC100.29 Typical Values. P 1-3

[20] Höganäs AB. www.hoganas.com. "Stainless steel powders for sintered components". P 1

CAPÍTULO 5.

CONCLUSIONES

Una vez analizados todos los resultados obtenidos en este proyecto, se obtienen las siguientes conclusiones:

1-La malla no es apta para reforzar cualquier material compuesto, pues no compacta con cualquier tipo de matriz.

2-El análisis ha permitido demostrar que la presencia del refuerzo perjudica seriamente las propiedades de tracción para los materiales cuya matriz es de acero inoxidable y de hierro atomizado con aporte de carbono.

3-La presencia del refuerzo provoca fallo por delaminación tanto en materiales con matriz inoxidable como en materiales con matriz hierro atomizado.

4-El material final experimenta un leve incremento de la dureza, sin embargo, la disminución en las propiedades mecánicas mencionada en el punto 1, son lo suficientemente importante como para que el incremento de dureza no sea valorable.

5-Durante la sinterización, el refuerzo no se disuelve en la matriz pero se produce difusión del cromo perteneciente al refuerzo a la matriz. Este hecho empeora las propiedades a corrosión del refuerzo que eventualmente sufrirá oxidación en su superficie.

La conclusión final de este proyecto es que no parece viable la introducción de un refuerzo tipo malla en un material compuesto cuya matriz es polvo base hierro y base acero inoxidable.

CAPÍTULO 6. LÍNEAS FUTURAS DE INVESTIGACIÓN

Una vez hemos expuesto las conclusiones finales de este estudio, se pueden plantear propuestas para seguir investigando, que permitan mejorar las propiedades de los materiales compuestos obtenidos.

1-Exploraríamos la posibilidad de aumentar la densidad de las piezas. Esto puede conseguirse, por ejemplo, aumentando la presión de compactación.

2-Realización de ensayos mecánicos para analizar la tenacidad a fractura.

3-Análisis de la porosidad obtenida en las piezas mediante análisis de imagen.

4-Estudio del comportamiento a corrosión.

5-Estudio de la posibilidad de modificar el material matriz y probar la utilización de otros polvos metálicos.

6-Estudio del efecto que implicaría otro tipo de atmósfera de sinterización sobre el refuerzo cuando se encuentra en matriz de hierro atomizado.

7-Estudio de la posibilidad de realizar una doble compactación y una doble sinterización

8-Estudio de la posibilidad de añadir algún aleante que durante la sinterización ayudara a aumentar la difusión de la malla en el refuerzo.